Über eine Gegenfeldanlage zur Messung von Energie- und Winkelverteilungen gestreuter Elektronen

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Hamburg

vorgelegt von

MANFRED HORSTMANN
aus Hamburg

Hamburg 1960

ÜBER EINE GEGENFELDANLAGE ZUR MESSUNG VON ENERGIE- UND WINKELVERTEILUNGEN GESTREUTER ELEKTRONEN

DISSERTATION

ZUR ERLANGUNG DES DOKTORGRADES
DER MATHEMATISCH-NATURWISSENSCHAFTLICHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT HAMBURG

vorgelegt von

MANFRED HORSTMANN

aus Hamburg

Hamburg

1960

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Genehmigt von der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Hamburg

auf Antrag von Professor Dr.H.Raether

Hamburg, den 25.6.1960 Professor Dr.E.Otremba
Dekan

Fotodruck: Mikrokopie G.m.b.H. München 2, Weinstr. 4

INHALT

Seite

1.DIE GEGENFELDANLAGE ZUR MESSUNG VON ENERGIE- UND WINKELVERTEILUNGEN GESTREUTER ELEKTRONEN..... 3
1.1.Einleitung..... 3
1.2.Mechanischer Aufbau der Gegenfeldanlage..... 5
1.2.1.Allgemeines..... 5
1.2.2.Das Strahlerzeugungssystem..... 8
1.2.3.Der Objektraum..... 8
1.2.4.Die Hochvakuumanlage..... 10
1.2.5.Der Schwenkteil..... 10
1.3.Das Gegenfeld..... 13
1.3.1.Allgemeines..... 13
1.3.2.Energieauflösungsvermögen..... 14
1.3.2.1.Einfluß der elektronenoptischen Eigenschaften des Gegenfeldes auf das Energieauflösungsvermögen..... 14
1.3.2.2.Energieverteilung der Primärelektronen... 16
1.4.Der Gleichstromverstärker..... 18
1.5.Die Hochspannungsanlage..... 20
1.6.Konstanzfragen..... 20
1.6.1.Konstanz der Hochspannung..... 22
1.6.2.Konstanz des Primärstrahls..... 23
1.6.3.Objektkonstanz..... 28
1.7.Kritik der Gegenfeldanlage und Vergleich mit anderen Meßanordnungen..... 30

2.MESSUNG DER INTENSITÄTSVERTEILUNG IN ALUMINIUM-DEBYE-SCHERRER DIAGRAMMEN..... 35
2.1.Einleitung..... 35
2.2.Theoretische Vorbemerkungen..... 35
2.3.Übersicht über bisher durchgeführte Intensitätsmessungen 47
2.4.Herstellung der polykristallinen Aluminium-Folien..... 54
2.5.Messungen und Ergebnisse..... 58
2.5.1.Allgemeines..... 58
2.5.2.Messung der Ringintensitäten..... 62
2.5.3.Diskussion der Meßergebnisse..... 67

3.ZUSAMMENFASSUNG..... 72

LITERATURVERZEICHNIS..... 73

1. DIE GEGENFELDANLAGE ZUR MESSUNG VON ENERGIE- UND WINKELVERTEILUNGEN GESTREUTER ELEKTRONEN

1.1. Einleitung

Bei der Streuung von Elektronen an Atomen und Atomanordnungen unterscheidet man unelastische und elastische Streuprozesse. Die Streuintensität j_s ist dementsprechend nicht allein eine Funktion der Streurichtung (ϑ, φ) und der Energie E_o der Primärelektronen, sondern sie hängt auch von der Energie ΔE ab, welche bei der Streuung an den Streukörper abgegeben wird, d.h. es ist

$$(1) \qquad j_s = f(\vartheta, \varphi, E_o, \Delta E),$$

wenn man den Elektronenspin unberücksichtigt läßt. Eine vollständige, quantitative Untersuchung der Elektronenstreuung erfordert also eine Anordnung, mit welcher die Größen $(j_s, \vartheta, \varphi, E_o, \Delta E)$ erfaßt werden können. Mit einer solchen Apparatur kann durch Analyse des Streudiagramms z.B. die Wechselwirkung schneller Elektronen mit dem Festkörper näher untersucht werden.

Seit den ersten Untersuchungen von G.P.Thomson[1] und Mark und Wierl[2] wurde bis in die jüngste Zeit eine große Zahl von Elektronenstreuexperimenten mit dem Ziel durchgeführt, die kinematische Streuformel zu prüfen, was auf eine Atomformfaktorbestimmung hinausläuft. Bei diesen Untersuchungen wurde außer der photographischen Platte eine ganze Reihe anderer direkter und indirekter Intensitätsmeßverfahren (Zählrohr, Elektrometer, CdS-Zelle etc) eingesetzt[3-6], jedoch verzichtete man in allen Fällen auf eine Energieanalyse der gestreuten Elektronen. Andererseits gaben die erstmals von Ruthemann [7] durchgeführten Untersuchungen der charakteristischen Energieverluste mittelschneller Elektronen Anlaß zur Entwicklung von Spektrographen mit hohem Energieauflösungsvermögen[8-12]. Die meisten dieser Geräte gestatten aber nur eine Energieanalyse der Elektronen im Bereich kleiner Streuwinkel ($\lesssim 5.10^{-3}$ rad).

Anlagen, mit denen sowohl Energie- als auch Winkelverteilungen (bis etwa 0,1 rad) gemessen werden können, sind der von Leonhard[13] verbesserte Möllenstedt'sche Analysator und ein von Marton[14] beschriebenes Spektrometer für Elektronen im Energiebereich 1-50 keV.

Ausgehend von unseren Erfahrungen mit einer Gegenfeldanlage, welche zur Messung der charakteristischen Energieverluste mittelschneller Elektronen im Bereich kleiner Streuwinkel benutzt wurde,[10]

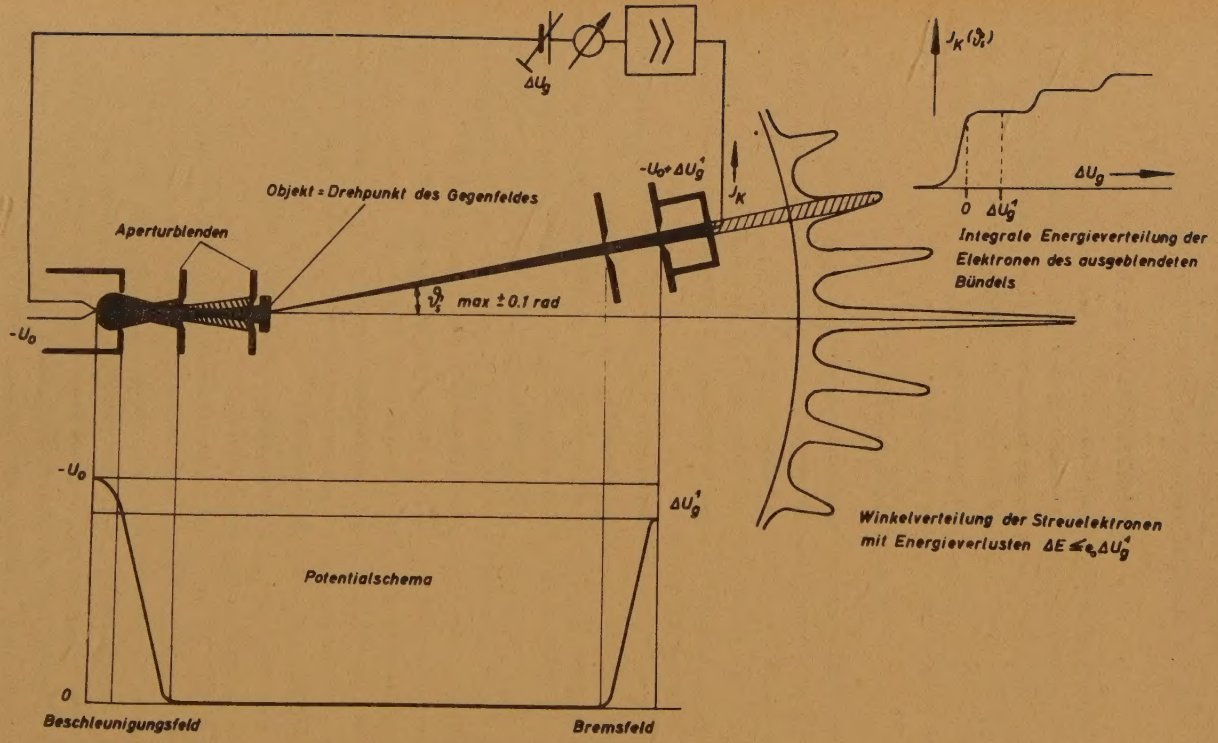


Fig. 1. Schema der Gegenfeldanlage

haben wir diese soweit verbessert,daß damit auch eine vollständige Analyse des Elektronenstreudiagramms möglich ist.

Das Prinzip dieser Gegenfeldanlage ist folgendes (siehe Fig.1 auf Seite 4):Ein schwach divergenter Elektronenstrahl (15-50 keV) trifft auf das Objekt.Aus der Elektronenstreuverteilung wird durch eine Meßblende ein schmales Elektronenbündel ausgesondert,das in das elektrische Gegenfeld eintritt.Die Gegenfeldanordnung besteht aus einer auf Erdpotential befindlichen Elektrode und der Bremselektrode,die etwa auf Kathodenpotential liegt.Das Potential dieser Bremselektrode kann durch eine variable Zusatzspannung ΔU_g gegenüber dem Kathodenpotential $-E_o/e_o = -U_o$ verändert werden. Die Elektronen,welche vermöge ihrer hinreichend großen kinetischen Energie das Bremspotential überwinden können,gelangen durch die Bremselektrode hindurch in einen Meßkäfig.Der Käfigstrom wird verstärkt und mit einem Galvanometer gemessen.

Die Energie-und die Winkelverteilung der gestreuten Elektronen erhält man folgendermaßen:

Durch Variation des Bremspotentials $(-E_o + e_o\Delta U_g)/e_o$ kann in jeder Streurichtung die integrale Energieverteilung

$$F(E) = \int_E^\infty f(\varepsilon)\,d(\varepsilon) \qquad E = E_o - e_o\Delta U_g \tag{2}$$

der Elektronen des ausgeblendeten Bündels aufgenommen werden.

Die Winkelverteilung wird gemessen,indem die Gegenfeldanordnung bei festem Bremspotential (ΔU_g = const) um das Objekt geschwenkt wird.Synchron mit dieser Schwenkbewegung wird der Käfigstrom photographisch registriert.Auf diese Weise erhält man die Winkelverteilung aller Elektronen,deren Energieverluste zwischen 0 und $e_o\Delta U_g$ eV liegen.

Im folgenden sollen zunächst der Aufbau und die Leistungsfähigkeit der Gegenfeldanlage eingehend beschrieben werden.Die Ergebnisse der mit dieser Apparatur durchgeführten Intensitätsmessungen werden im zweiten Teil der vorliegenden Dissertation dargestellt.

1.2.Mechanischer Aufbau der Gegenfeldanlage

1.2.1.Allgemeines

Ein schematischer Längsschnitt der Apparatur ist in Fig.2 (Seite 6) dargestellt.Damit bei der relativ großen Längsausdeh-

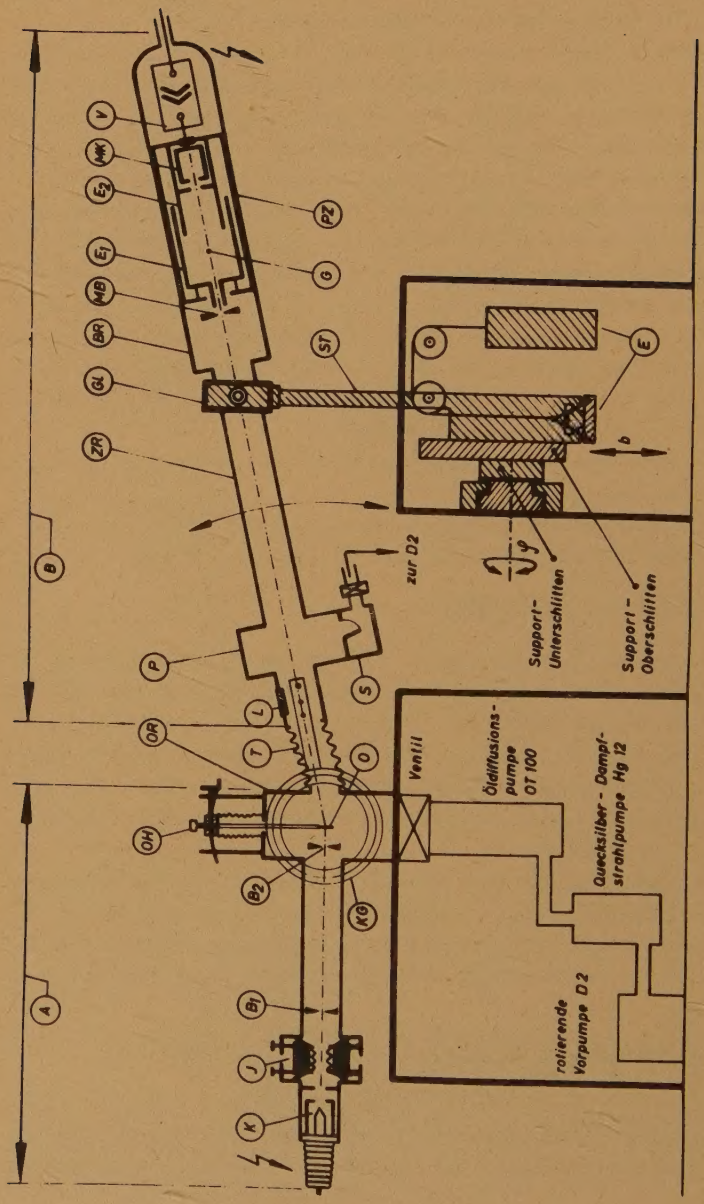


Fig. 2. Schematischer Längsschnitt der Gegenfeldanlage

nung der Anlage alle Bedienungsorgane leicht zugänglich sind,wurde die horizontale Bauweise gewählt.

Die Gegenfeldapparatur besteht aus einem raumfesten Teil (A), welcher das Strahlerzeugungssystem und den Objektraum umfaßt,und einem Schwenkteil (B),welcher u.a.die Gegenfeldanordnung enthält. Beide Teile sind durch einen Tombakbalg (T) miteinander verbunden. Um die Elektronenstreuverteilung zu registrieren,wird der Schwenkteil mit der Gegenfeldanordnung relativ zur raumfesten Streuverteilung mechanisch bewegt.Die Schwenkbewegung um das Objekt als Zentrum (siehe 1.3.2.1.) wird durch ein am Objektraum montiertes

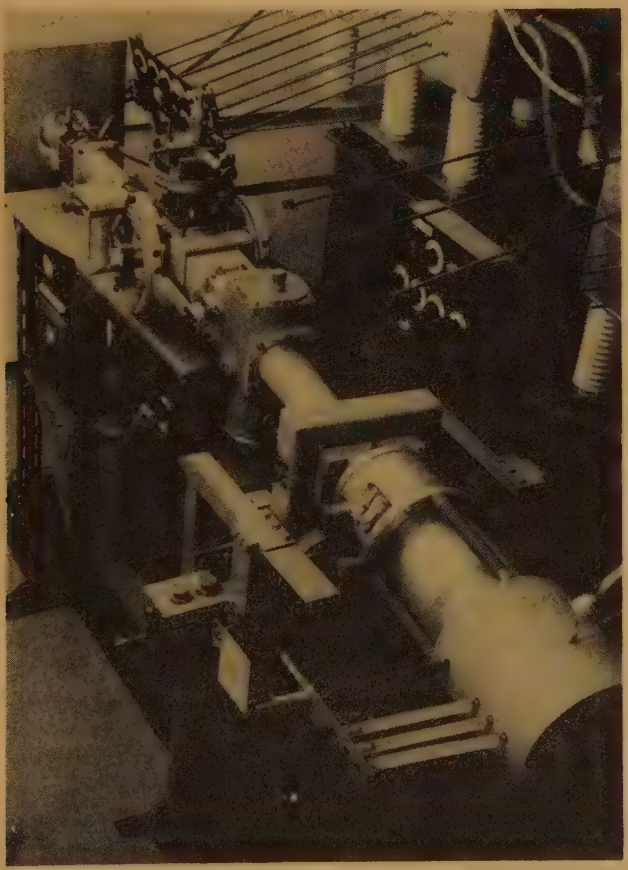


Fig.3.Ansicht der Gegenfeldanlage

Kardangelenk (KG) ermöglicht.Das Kardangelenk besteht aus großen, ringförmigen Gleitlagern,so daß alle Flansche am Objektraum leicht zugänglich sind und bequem ausgewechselt werden können (siehe Fig.3 auf Seite 7).

Fast alle Teile des Elektronen-Laufraumes besitzen 5-10 mm starke Eisenwände,um magnetische Störfelder (vgl.1.6.2.) weitgehend abzuschirmen.Nach der mechanischen Bearbeitung wurden die Teile mit einer Cadmiumschicht überzogen,wodurch einerseits die Korrosion verhindert und andererseits die Gasabgabe der Oberflächen in das Vakuum herabgesetzt wird.

1.2.2.Das Strahlerzeugungssystem

Als Strahlerzeugungssystem dient eine Fernfokuskathode (K) nach Steigerwald[15].Die Justierung des Elektronenstrahls erfolgt mit einem Justierstück (J),dessen Prinzip von Rühle[16] angegeben worden ist.Durch die Fokussierungseigenschaften des Wehneltsystems und durch zwei Blenden B_1(125/u) und B_2(100/u) im Abstand von 500 mm wird die Divergenz des Strahles auf $2\alpha = 3{,}2.10^{-4}$ rad (Halbwertsbreite) und der Strahlbündeldurchmesser am Ort des Objektes auf 100/u herabgesetzt.Diese beiden Parameter des Primärstrahls und die Größe der Meßblende (MB) begrenzen das Winkelauflösungsvermögen einer linsenlosen Anordnung.Da aus Intensitätsgründen die Blenden B_1 und B_2 nicht enger gewählt werden können,beträgt die Halbwertsbreite des Primärstrahls am Ort der Meßblende mindestens 390/u.Hieraus ergibt sich bei einem Abstand zwischen dem Objekt und der Meßblende von etwa 1200 mm (siehe 1.2.5.) eine Winkelhalbwertsbreite von $3{,}2.10^{-4}$rad.Dieser Wert stimmt mit der Divergenz des Primärstrahls am Ort des Objektes überein und stellt die mit einer sehr feinen Meßblende ($\ll$ 400/u) erreichbare Winkelauflösung dar.Der Einfluß des Strahlbündeldurchmessers auf das Winkelauflösungsvermögen ist also bei den hier vorliegenden Abmessungen zu vernachlässigen.

1.2.3.Der Objektraum

In dem Objektraum (OR) können außer dem Objekthalter (OH) und dem Blendenträger noch weitere Zusatzeinrichtungen (Ofen,Aufdampf- und Kathodenzerstäubungseinrichtung etc.) untergebracht werden.Der Blendenträger enthält drei Blenden (B_2) von 0,1 ; 0,25 und 2 mm

Durchmesser.Er ist in einer Ebene senkrecht zum Primärstrahl verschiebbar.Dadurch kann der Primärstrahl so justiert werden,daß er durch das Drehzentrum des Schwenkteils geht (siehe Abschnitt 1.3.2.) Der Objekthalter gleicht bis auf unwesentliche Änderungen der von Ladage[17] angegebenen Konstruktion.Er ist sowohl für Durchstrahlungs-als auch für Reflexionsuntersuchungen verwendbar.Dementsprechend ist eine große Zahl von Freiheitsgraden für die Objektjustierung vorgesehen.(vgl.Fig.4).

Wie sich bei den im Abschnitt 1.6.3.beschriebenen Messungen

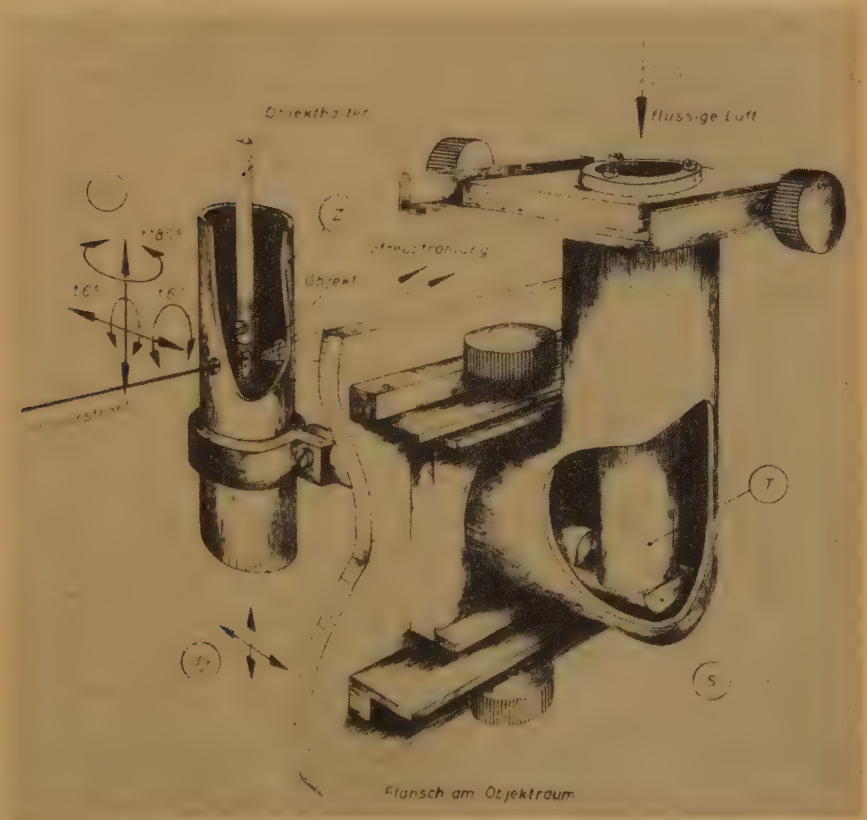


Fig.4. Objektkühlfalle. (In dieser Figur sind bei J_o und J_z die Freiheitsgrade für die Justierung des Objektes bzw.des Kühlzylinders eingezeichnet).

ergab,mußte das Objekt vor aufwachsenden Fremdschichten geschützt werden.Das wird durch folgende Kühlvorrichtung erreicht (siehe Fig.4):

Das Objekt ist von einem aus Kupfer bestehenden Kühlzylinder (Z) (Durchmesser etwa 30mm,Länge etwa 100 mm) fast vollständig umgeben.In der Zylinderwand befinden sich zwei einander gegenüberliegende Bohrungen,um den Primärstrahl und die Streustrahlung hindurch zu lassen.Die vordere Bohrung ist 2 mm,die hintere 6 mm groß. Dadurch wird der Raumwinkel,innerhalb dessen die Moleküle aus dem Rezipienten direkt auf das Objekt treffen können,um den Faktor 35 reduziert.Durch einen massiven Kupferstab (S) ist der Zylinder mit einem Metalltopf (T) verbunden,der mit flüssiger Luft gefüllt ist. Wie aus Fig.4 ersichtlich ist,kann der Kühlzylinder unabhängig vom Objekt gegenüber dem Primärstrahl justiert werden.Alle Teile der Kühlvorrichtung wurden versilbert.Die mit einem Thermoelement bestimmte Temperatur des Zylinders beträgt etwa $-160^{o}C$.

1.2.4.Die Hochvakuumanlage

Die Hochvakuumanlage besteht aus einer Öldiffusionspumpe OT 100 mit einer vorgeschalteten Quecksilberdiffusionspumpe Hg 12. Als Vorpumpe dient eine zweistufige,rotierende Pumpe D2.(Fa.Leybold).Die Öldiffusionspumpe ist in der Mitte der gesamten Anlage unter dem Objektraum angebracht.Dadurch wird in der Objektumgebung ein gutes Endvakuum erreicht.Der Saugleistungsverlust zur Kathode und zum Gegenfeld hin ist etwa gleich.Der mit einem Ionisationsmanometer gemessene Druck an der Kathode und im Gegenfeld ist etwa um den Faktor zwei größer als im Objektraum.In diesem wird nach längerer Evakuierungszeit (ca.5 Std.) ein Endvakuum von besser als 5.10^{-6} Torr erreicht; wenn die Objektkühlfalle mit flüssiger Luft beschickt wird,sinkt der Druck unter 1.10^{-6}Torr.

1.2.5.Der Schwenkteil

Der Schwenkteil (B) umfaßt den Leuchtschirmraum (L),die Plattenkamera (P),den Blendenraum (BR),das Gegenfeld (G) und den Gleichstromverstärker (V).(Siehe Fig.2)

In der Plattenkamera,welche zur Herstellung von Testaufnahmen dient,läßt sich ein Vorrat von 12 Platten unterbringen.Die belichteten Platten fallen in eine unterhalb des Kameragehäuses an-

geflanschte Plattenschleuse (S).

Im Blendenraum (BR) ist eine Blendentrommel mit 19 Blenden zwischen 0,01 und 20 mm Durchmesser eingebaut. Auf der Blendentrommel sind außerdem noch zwei Spaltblenden vom Querschnitt $4 \times 0{,}4\,mm^2$ und $4 \times 1{,}0\,mm^2$ angebracht, die bei der Registrierung rotationssymmetrischer Streuverteilungen, z.B. Debye-Scherrer Diagrammen, zum Ausblenden benutzt werden. Alle Blenden können in die optische Achse des Gegenfeldes justiert werden. Plattenkamera und Blendenraum sind durch ein 500 mm langes Zwischenrohr (ZR) verbunden. Dadurch wird der Abstand zwischen dem Objekt und der Meßblende auf etwa 1200 mm vergrößert.

Zur Ausmessung der Streuverteilung wird die Meßblende auf Kreisen um das Objekt geschwenkt, die jedoch innerhalb der vorkommenden Streuwinkel ($\lesssim 0{,}1$ rad) praktisch als Geraden in einer Ebene senkrecht zum Primärstrahl angesehen werden können. Diese "Abtastgeraden" sind durch ihren Abstand b vom Primärstrahlfleck und ihre Richtung im Streudiagramm (Azimut φ) bestimmt. Die nebenstehende Figur 5 zeigt die Lage der "Abtastgeraden" in einem einkristallinen Interferenzdiagramm. Bei der Registrierung eines Debye-Scherrer - Diagramms ist $b = 0$ und φ beliebig, sofern die Folie keine Vorzugsorientierung besitzt.

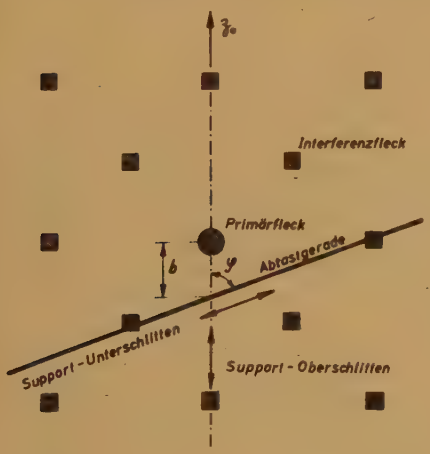


Fig. 5. Lage der "Abtastgeraden" im Streudiagramm.

Technisch ist der Abtastvorgang folgendermaßen realisiert (siehe auch Fig. 2): An einem Gestell unterhalb des Schwenkteils ist der Unterschlitten eines Kreuzsupports+) drehbar montiert. Seine Drehachse liegt parallel zum Primärstrahl. Der Oberschlitten ist

+) Dieser Kreuzsupport wurde uns freundlicherweise von der Firma Boley & Leinen zur Verfügung gestellt.

starr mit einem Stempel (ST) verbunden und stets vertikal ausgerichtet.Dieser Stempel trägt ein Gelenk (GL),in dem das Zwischenrohr (ZR) gelagert ist.Durch Drehen des Unterschlittens ist es möglich,dessen Schubrichtung und damit die Abtastgerade in jedes Azimut φ einzustellen.Am Oberschlitten können die Abstände b verändert und damit die Abtastgeraden parallel zueinander verschoben werden.Der Antrieb der Supportspindel des Unterschlittens erfolgt entweder von Hand oder mit einem Synchronmotor über ein Getriebe (8 Vorschubstufen zwischen 0,006 und 7 mm/sec).Um einen reibungsarmen Vorschub des Supportschlittens zu erreichen,wird das Gewicht des Schwenkteils (120 kg) durch eine Entlastungsvorrichtung (E) kompensiert.

Durch die Bewegungsfreiheit des Supports und des Tombakbalges (T) wird der Winkelbereich,welcher mit dem Schwenkteil überstrichen werden kann,auf $\pm 0{,}1$ rad begrenzt.

Bei der Registrierung der Elektronenstreuverteilung ist es wichtig,daß zwischen der Schwenkbewegung und dem Vorschub des Registrierfilms,auf dem der Käfigstrom aufgezeichnet wird,ein linearer Zusammenhang besteht.Abweichungen davon können sowohl von Ungleichmäßigkeiten des Support- oder des Filmvorschubs und von ungleichmäßigen Schrumpfungen des Registrierfilms herrühren.

Durch direkte Abbildung der Schwenkbewegung auf den Registrierfilm+) wurde der Zusammenhang zwischen dem Streuwinkel ϑ_S (Winkelkoordinate der Meßblende) und der transportierten Filmlänge l gemessen.Dabei ergab sich eine Abweichung $\delta\vartheta_S(l)$ von der linearen Beziehung $\vartheta_S = \text{const.}\,l$ .Der quadratische Mittelwert $\sqrt{[\delta\vartheta_S]^2}$ beträgt $1{,}2.10^{-4}$ rad,ist also kleiner als die Winkelauflösung der Anlage($3{,}2.10^{-4}$ rad).Aus dem gemessenen Verlauf $\delta\vartheta_S(l)$ ergab sich weiter,daß die Bestimmung von Winkeldifferenzen $\Delta\vartheta_S$ auf dem Registrierfilm mit einem relativen Fehler behaftet ist,der mit wachsendem $\Delta\vartheta_S$ abnimmt.Er beträgt z.B. bei $\Delta\vartheta_S = 1{,}5.10^{-3}$ rad ca. 2% und bei $\Delta\vartheta_S = 2.10^{-2}$ rad etwa 0,7 %.

+) Auf dem Schwenkteil wurde eine optische Bank montiert und eine Fadenlampe auf die Registrierkamera abgebildet.

1.3.Das Gegenfeld

1.3.1.Allgemeines

Den Abschluß des Schwenkteils bilden die Gegenfeldanordnung (G) und der Gleichstromverstärker (V).Die Gegenfeldanordnung ist an den Blendenraum (BR) angeflanscht.Sie besteht aus zwei ineinander greifenden,zylindrischen Eisenelektroden (vgl.Fig.2 und 6).Die auf Erdpotential befindliche Elektrode (E_1) besitzt einen elektrischen Kamin,um den Durchgriff des Bremsfeldes in den Blendenraum zu reduzieren.Die zweite Elektrode (E_2),die Bremselektrode,umschließt den Meßkäfig (MK) vollständig bis auf die freie Strahleintrittsöffnung.Durch diese gute elektrostatische Abschirmung wird die Kapazität C_{KE} des Meßkäfigs gegen Erde stark herabgesetzt (siehe Abschnitt 1.6.1.).Da die Eisenelektroden (Wandstärke etwa 7 mm) weit ineinander greifen,werden auch magnetische Störfelder gut abgeschirmt.Die gesamte Gegenfeldanordnung ist von einem Plexiglaszylinder umgeben (PZ),der Erd- und Bremselektrode gegeneinander isoliert.

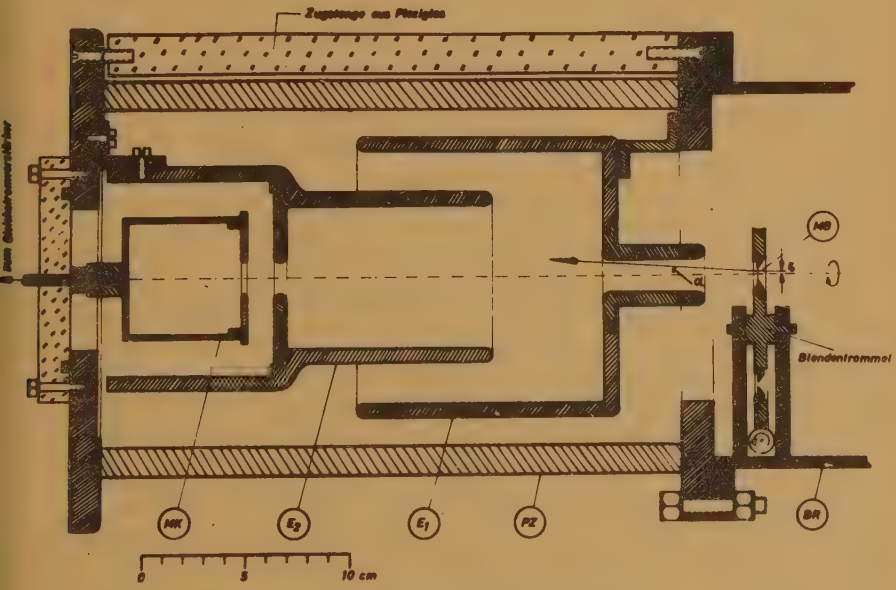


Fig.6.Längsschnitt der Gegenfeldanordnung

Bremselektrode und Meßkäfig befinden sich auf gleichem Potential $-U_o + \Delta U_g$ +) ($-U_o$ = Kathodenpotential) und sind durch einen Plexiglasflansch, an dem der Meßkäfig mit seiner Durchführung zum Verstärkereingang montiert ist, auf besser als $10^{14}\,\Omega$ voneinander isoliert. Um die Sekundärelektronenemission an der Käfigwand weitgehend zu unterdrücken, wurde der Meßkäfig nach der Versilberung über einer Acetylen-Flamme berußt.

Da sich Änderungen der Hochspannung U_o in gleicher Weise auf das Potential der Kathode und das Potential des Meßkäfigs auswirken, so ist die Energieanalyse mit dem Gegenfeld unabhängig vom Absolutwert und von Schwankungen der Beschleunigungsspannung.

Zur Messung der integralen Energieverteilung wird das Bremspotential variiert und gleichzeitig der Käfigstrom registriert. Die Gegenspannung ΔU_g, um die sich das Bremspotential vom Kathodenpotential unterscheidet, wird an einem 100 kΩ-Potentiometer (Helipot; Linearitätsabweichung $< 0{,}5\ \%$) abgegriffen und mit einem Galvanometer gemessen. Das Potentiometer wird über ein Getriebe mit einem Synchronmotor angetrieben und die Spannung ΔU_g in etwa 20 Sekunden durchfahren. Die simultane Aufzeichnung der Käfigstrom- und Gegenspannungs-Zeitkurve ermöglicht ein leichtes Auswerten der integralen Energieverteilungen.

1.3.2. Energieauflösungsvermögen

Das Energieauflösungsvermögen der Gegenfeldanordnung wird durch die elektronenoptischen Eigenschaften des Gegenfeldes und die Energieverteilung der Primärelektronen bestimmt.

1.3.2.1. Einfluß der elektronenoptischen Eigenschaften des Gegenfeldes auf das Energieauflösungsvermögen

Wir betrachten die integralen Energieverteilungen zweier Elektronenstrahlen, von denen der eine in der optischen Achse des Gegenfeldes läuft, während der andere beim Eintritt ins Gegenfeld in Bezug auf die optische Achse den Abstand r und den Neigungswinkel α besitzt. Diese Energieverteilungen sind im Gegenspannungsdiagramm näherungsweise um

$$\Delta U_g^* = c_1 \alpha^2 + c_2 r^2 \qquad (3)$$

+) bis auf die vernachlässigbare Eingangsspannung des Verstärkers.

gegeneinander verschoben[18,19]. Aus diesem Grund erscheint die integrale Energieverteilung eines Elektronenbündels im Gegenspannungsdiagramm verbreitert. Für ein ebenes Gegenfeld ist $C_2=0$ und $C_1 = U_o\,[V/rad^2]$.

Durch Schwenken der Gegenfeldanordnung ohne Meßblende (MB in Fig.2) haben wir das Gegenfeld mit dem Primärstrahl (Winkelhalbwertsbreite $3{,}2\cdot10^{-4}$ rad, integrale Breite etwa 0,5 eV) bis zu einem Winkel $\alpha = 2\cdot10^{-3}$ rad abgetastet. Auf diese Weise konnte die Verschiebung der Energieverteilung im Gegenspannungsdiagramm für den Spezialfall α = const. r, d.h.

$$\Delta U_g^* = C_3 \cdot \alpha^2$$

gemessen werden. Es ergab sich bei U_o = 45 kV:

$$\Delta U_g^* = 10^5 \cdot \alpha^2 \text{ V}$$

Als kennzeichnende Größe für das Energieauflösungsvermögen der Gegenfeldanlage wählen wir die Breite

$$\Delta E_i = \frac{F(0)}{[dF/dE]_{max}} \qquad E = E_o - e_o \Delta U_g \tag{4}$$

der gemessenen integralen Verteilung F(E) der Primärelektronen. Unter dem Auflösungsvermögen des Gegenfeldes allein ist dementsprechend die Breite ΔE_i^* der integralen Energieverteilung des <u>streng monochromatischen</u> Primärstrahls zu verstehen. Bei dem oben genannten Zusammenhang

$$\Delta U_g = C_3 \cdot \alpha^2$$

und einem monochromatischen Primärstrahl, dessen (sehr schmale) Winkelverteilung $f(\varphi)$ ist, würde eine integrale Energieverteilung der Form

$$F(E) = 2\pi \int_0^{\alpha(E)} f(\varphi) \cdot \sin\varphi \, d\varphi \tag{5}$$

mit einer Breite

$$\Delta E_i^* = \frac{2 e_o C_3}{f(0)} \int_0^{\pi/2} f(\varphi) \cdot \sin\varphi \, d\varphi \tag{6}$$

gemessen werden. Dabei ist

$$\alpha(E) = \sqrt{\frac{E - E_o}{e_o C_3}}$$

Für eine Abschätzung der Breite ΔE_i^* genügt die Kenntnis der mit einer feinen Meßblende (100 µ Ø) registrierten Winkelverteilung des Primärstrahls. Eine solche Abschätzung ergibt bei den von uns verwendeten Strahldivergenzen ein Auflösungsvermögen des Gegenfeldes von etwa

$$\Delta E_i^* \approx 0{.}03 \text{ eV}$$

Bei der Registrierung von Winkelverteilungen gestreuter Elektronen muß die Verschiebung ΔU_g^* der integralen Verteilungen im Gegenspannungsdiagramm für alle Streuwinkel ϑ_s gleich sein, d.h. es müssen r und α (s.o.) während der Schwenkbewegung der Gegenfeldanordnung konstant bleiben. Da sich die Lage der Meßblende gegenüber der optischen Achse während der Messung nicht ändert, so ist r konstant. Damit auch die unter verschiedenen Streuwinkeln registrierten Elektronenbündel stets denselben Neigungswinkel α beim Eintritt in das Gegenfeld besitzen, erfolgt die Schwenkbewegung der Gegenfeldanordnung um das Objekt als Zentrum. Beträgt der Abstand zwischen Objekt und Drehzentrum weniger als 2 mm, so ist der Neigungswinkel α kleiner als $1{,}6 \cdot 10^{-3}$ rad, und die unter $\vartheta_s = 0$ und $\vartheta_s = 0{,}1$ rad gemessenen Energieverteilungen sind um weniger als 0,03 eV gegeneinander verschoben.

1.3.2.2. Energieverteilung der Primärelektronen

Die Messung der Energieverteilung des Primärstrahls bei der sehr geringen Stromdichte von $2{,}2 \cdot 10^{-7}$ A/cm^2 ergab eine integrale Verteilung der theoretisch zu erwartenden Form[20,21]

$$J_K = J_S\,(1 + E/kT)\cdot e^{-E/kT} \qquad E \geq 0 \tag{7}$$

$$J_K = J_S \qquad E \leq 0$$

($E = -e_o \cdot \Delta U_g$; J_K = Käfigstrom)

mit einer integralen Breite ΔE_i von 0,49 eV (siehe Fig.7).

Da für die obige Verteilung die Beziehung

$$\Delta E_i = e \cdot kT \tag{8}$$

gilt, so ergibt sich eine Kathodentemperatur von 2100°K.

Diese Messung, welche eine gute Übereinstimmung der gemessenen und der theoretischen Energieverteilung ergab, läßt ebenfalls einen Schluß auf das Energieauflösungsvermögen des Gegenfeldes zu. Würde man die "wahre" Kathodentemperatur T_w kennen, so könnte man durch Vergleich der Energieverteilungen für die wahre Temperatur T_w und die oben erhaltene Rechentemperatur von 2100°K das Energieauflösungsvermögen des Gegenfeldes ermitteln. Nun ist die wahre Kathodentemperatur nicht gemessen worden. Jedoch kann man aus der Stromdichte j_o des Primärstrahls unter gewissen Annahmen über die Abbildungseigenschaften des Strahlerzeugungssystems die Stromdichte j_K an der Kathode und damit die Temperatur des Wolframfadens abschät-

zen. Nach den Angaben verschiedener Autoren[20,22] beträgt die Vergrößerung V der emittierenden Kathodenspitze durch das Strahlerzeugungssystem etwa 100 und mehr. (Die Linearausdehnung der abgebildeten Kathodenspitze beträgt einige µ). Nehmen wir nur eine Vergrößerung von V = 30 an, so ergibt sich eine Stromdichte an der Kathode von $j_K = V^2 . j_o = 2{,}2 . 10^{-4}$ A/cm^2 und damit eine Temperatur der Wolframkathode von 1900°K. Da wir die Abbildungsvergrößerung nach unten abgeschätzt haben, so wird die "wahre" Kathodentemperatur sicher größer sein +). Wenn man für eine ungünstige Abschätzung des

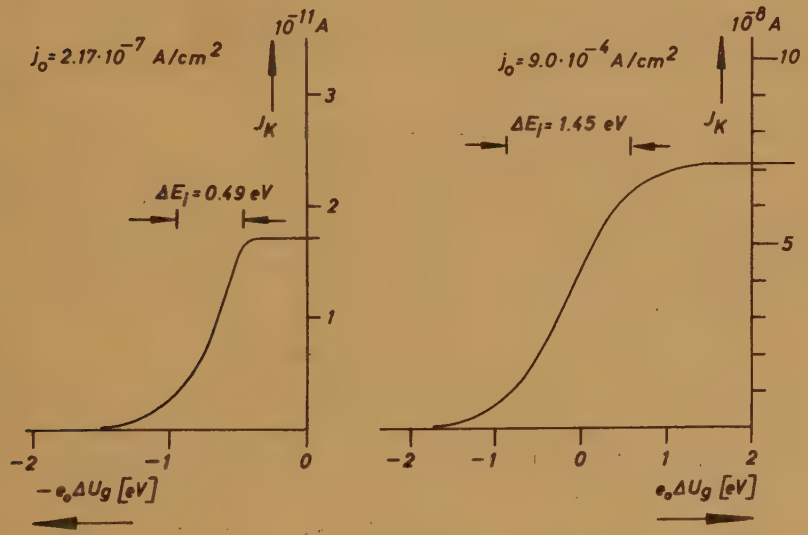


Fig. 7. Integrale Energieverteilung des Primärstrahls (U_o=40 kV) bei verschiedenen Strahlstromdichten j_o.

Energieauflösungsvermögens des Gegenfeldes diese Mindesttemperatur von 1900°K als "wahre" Kathodentemperatur zugrunde legt, so ergibt sich aus dem Vergleich der Energieverteilungen für T_K = 1900°K und T_K = 2100°K, daß das Energieauflösungsvermögen des Gegenfeldes besser als etwa 0,1 eV sein muß. Damit bestätigt sich erneut das

+) Für V=134 ergibt sich bei der oben angegebenen Primärstrahlstromdichte von $2{,}2 . 10^{-7}$A/cm^2 eine Kathodenstromdichte von $3{,}9 . 10^{-3}$A/cm^2 und damit genau die Kathodentemperatur T_K=2100°K.

sehr gute Energieauflösungsvermögen des Gegenfeldes.

Die Messungen der Energieverteilungen des Primärstrahls bei höheren Stromdichten zeigen, daß die integrale Breite mit wachsender Strahlstromdichte sehr stark zunimmt[20] (siehe Fig.7).

Die Energieverteilungen des Primärstrahls besitzen also auch bei den kleinsten vorkommenden Strahlstromdichten erheblich größere integrale Breiten als 0,03 eV. Daher ist für das praktisch erreichbare Energieauflösungsvermögen der Gesamtanordnung allein die Breite der Energieverteilung der Primärelektronen maßgebend.

Wie in den folgenden Abschnitten noch näher ausgeführt wird, mußten bei unseren Streumessungen Stromdichten bis zu $2.10^{-3} A/cm^2$ gewählt werden. Die integrale Breite des Primärstrahls und damit das Energieauflösungsvermögen beträgt dann bis zu 1,5 eV (Fig.7).

1.4. Der Gleichstromverstärker

Der in den Meßkäfig (MK in Fig.2) eintretende Elektronenstrom J_K wird durch einen stark gegengekoppelten Gleichstromverstärker (Fa. Knick) verstärkt. Dieser besitzt drei Eingangswiderstände R_e (siehe Tabelle 1) und einen Ausgangswiderstand $R_a = 1{,}7\ M\Omega$. Der Spannungsverstärkungsfaktor V_u beträgt etwa 10^3. Für die Stromverstärkung V_J ergibt sich:

(9) $$V_J = \frac{J_a}{J_K} = \frac{R_e}{R_a(1+1/V_u)} \approx \frac{R_e}{R_a}$$

Der mit einem Galvanometer gemessene Ausgangsstrom J_a wird photographisch mit einer Registrierkamera (Fa. Kipp & Zonen) aufgezeichnet.

Der virtuelle Eingangswiderstand des Gleichstromverstärkers

(10) $$R_e' = \frac{R_e}{1+V_u}$$

beträgt maximal $7.10^8\ \Omega$ ($R_e = 7.10^{11}\ \Omega$). Bei einer Kapazität von etwa 30 pF zwischen Meßkäfig und Bremselektrode, der schädlichen Eingangskapazität C_e des Verstärkers, ergibt sich eine Zeitkonstante

$$\tau_e = R_e' C_e = 2{,}1 \cdot 10^{-2}\ sec$$

und damit eine obere Grenzfrequenz des Verstärkers von

$$\nu_{gr} = \frac{1}{2\pi\tau_e} \approx 7{,}5\ sec^{-1}$$

Um diese kurze Einstellzeit des Verstärkers auszunutzen, was im

Interesse einer möglichst kurzen Meßzeit wünschenswert ist, haben wir zunächst den Ausgangsstrom des Verstärkers mit schnellschwingenden Galvanometern (T_o=5.10^{-2}sec) gemessen. Es zeigte sich aber, daß diese Galvanometer bei Hochspannungsüberschlägen sehr störanfällig waren. Wir sind deshalb zu dem Galvanometer SSG 11 der Firma Ruhstrat übergegangen. Damit ist jetzt die Registriergeschwindigkeit der Anlage durch die Schwingungsdauer dieses Galvanometers begrenzt (T_o= 0,6 sec).

Der kleinste meßbare Käfigstrom ist durch das Rauschen des Gleichstromverstärkers von etwa 8.10^{-15}A bestimmt+). Nach oben ist der Meßbereich des Verstärkers durch die Forderung begrenzt, daß der Zusammenhang zwischen J_a und J_K bis auf Abweichungen von maximal 2% linear sein soll. Der Linearitätsbereich in jeder Empfindlichkeitsstufe ist durch den Aussteuerbereich der Eingangsröhre gegeben. In der empfindlichsten Verstärkerstufe wird der Linearitätsbereich zusätzlich durch die Spannungsabhängigkeit des hohen Eingangswiderstandes eingeschränkt. In der folgenden Tabelle 1 sind für die drei Verstärkerstufen sowohl die Empfindlichkeiten als auch die Strombereiche, innerhalb derer die Abweichungen von einer linearen Charakteristik J_a/J_K=const unter 2% liegen, angegeben:

Tabelle 1

Verstärkerstufe	Empfindlichkeit++)	Linearitätsbereich
$R_e^{(1)}$= 7 .10^{11} Ω	1,2.10^{-14} A/mm	1.10^{-14} - 8.10^{-12} A
$R_e^{(2)}$= 2,8.10^{10} Ω	3,1.10^{-13} A/mm	3.10^{-13} - 3.10^{-9} A
$R_e^{(3)}$= 2,9.10^{9} Ω	3,0.10^{-12} A/mm	3.10^{-12} - 3.10^{-8} A
Galvanometer:	5,0.10^{-9} A/mm	5.10^{-9} - 10^{-2} A

++) mm auf dem Registrierfilm. Abstand Galvanometer-Registrierkamera 120 cm. Das Verstärkerrauschen beträgt im empfindlichen Bereich(1) etwa 0,7 mm entsprechend 8.10^{-15} A.

+) Die Spannungsversorgung des Verstärkers erfolgt durch Trockenbatterien, die Heizspannung für die Röhren liefert ein Akkumulator.

Der gesamte vom Gleichstromverstärker erfaßbare Strombereich liegt also zwischen 1.10^{-14} und 3.10^{-8} A.Um den Meßbereich nach oben zu erweitern,kann der Meßkäfig auch direkt mit dem Galvanometer verbunden werden (vgl.Fig.8 auf Seite 21).Auf diese Weise ist es möglich, alle Ströme im Bereich von 10^{-14} bis 10^{-2} A direkt zu messen und die im Elektronenstreudiagramm auftretenden,hohen Stromdichteverhältnisse von etwa 10^7:1 (Verhältnis von Primärstrahl- zu Untergrund-Intensität) zu erfassen.

1.5.Die Hochspannungsanlage

Eine Übersicht über die elektrische Installation der Gegenfeldanlage gibt das Schaltbild in Fig.8 (Seite 21).Die gesamte hochspannungsseitige elektrische Einrichtung ist in zwei großen,vollständig geschlossenen Metallkästen untergebracht.

Der Hochspannungserzeuger,ein 100 kV-Gleichspannungsgenerator (50 Hz),wurde nach unseren Angaben von der Firma Seifert gebaut.Der große Ladewiderstand von 10 MΩ hat zwar den Nachteil,daß mit wachsender Belastung die Hochspannung stark absinkt,jedoch den Vorteil, daß dadurch einerseits die Ausgangsspannung des Generators unempfindlicher gegen primärseitige Spannungsspitzen (Schaltstöße) und andererseits die Welligkeit der Anlage erheblich herabgesetzt wird.Die zwei auf die Ladestrecke folgenden Siebglieder besitzen einen Siebfaktor von $4,5.10^{-4}$.

Wegen des magnetischen Streufeldes,dessen Amplitude außerhalb des Hochspannungserzeugers noch etwa $5\text{-}10.10^{-7}$ Vsec/m^2 beträgt,wurde die Elektronenstrahlapparatur in hinreichend großer Entfernung (ca.1m) vom Hochspannungserzeuger aufgestellt.

Die Hochspannung kann primärseitig mit einem Regeltransformator variiert werden,der an einen Wechselspannungsstabilisator angeschlossen ist.

Die Messung der Hochspannung erfolgt mit einem Starke-Schröder-Voltmeter,dessen Meßgenauigkeit etwa 1% beträgt.

1.6.Konstanzfragen

Die durch die Einstellzeit des Registrierorgans begrenzte Registriergeschwindigkeit bedingt eine verhältnismäßig lange Meßzeit. So beträgt z.B.die Zeit zur Registrierung eines Debye-Scherrer-Diagramms mit scharfen Ringen von 0 bis 0,1 rad etwa 10 min.Es müssen

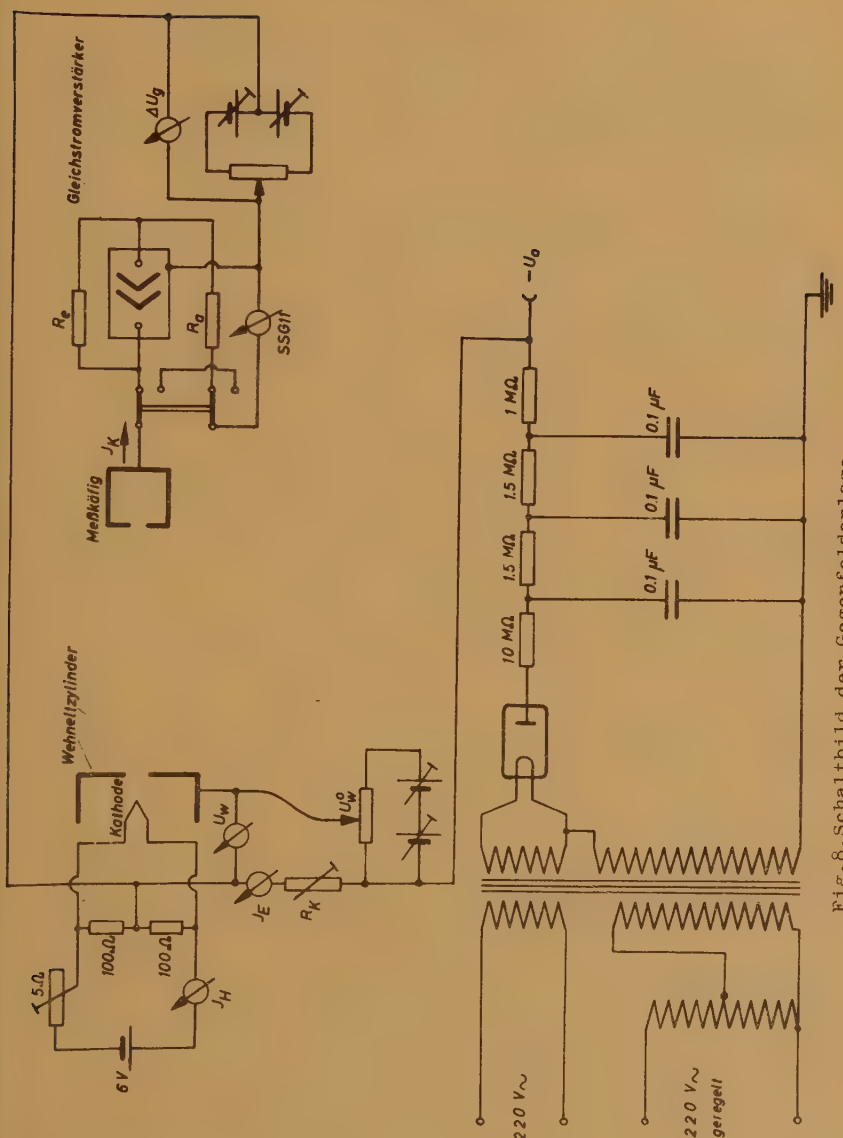


Fig.8.Schaltbild der Gegenfeldanlage

daher hohe Anforderungen an die Konstanz der Experimentierbedingungen gestellt werden.

Im folgenden werden die Untersuchungen über die Konstanz der für die Leistungsfähigkeit der Gegenfeldanlage entscheidenden Parameter beschrieben.

1.6.1.Konstanz der Hochspannung

Durch die primärseitige Stabilisierung der Hochspannung wurde eine Konstanz von besser als 5.10^{-4} über eine Stunde erreicht. Die Welligkeit $\left|\frac{\Delta U_{\sim}}{U_0}\right|$ der Hochspannung ist kleiner als 7.10^{-8}.

Die verbleibende Inkonstanz der Hochspannung hat folgende Konsequenzen:

a) Schwankungen der Hochspannung führen zu Verschiebungen der Interferenzmaxima um

$$\left|\frac{\Delta \vartheta_s}{\vartheta_s}\right| = \left|\frac{\Delta \lambda}{\lambda}\right| = \frac{1}{2}\left|\frac{\Delta U_0}{U_0}\right| \lesssim 2{,}5 \cdot 10^{-4}$$

Demnach erleiden die am weitesten außen liegenden Interferenzmaxima ($\vartheta_s \approx 0{,}1$ rad) Verschiebungen von

$$|\Delta \vartheta_s| \lesssim 2{,}5 \cdot 10^{-5} \text{ rad}$$

Diese sind wesentlich kleiner als das Winkelauflösungsvermögen unserer Anlage ($3{,}2.10^{-4}$rad).

b) Die durch die Inkonstanz der Hochspannung bedingten Emissionsstromschwankungen

$$\Delta J_E = S \cdot D \cdot \Delta U_0$$

betragen bei 50 kV und den im Abschnitt 1.6.2.angegebenen Werten für die Steilheit S und den Durchgriff D des Strahlerzeugungssystems ungefähr 0,5 /uA.Durch die Gegenkopplung (s.u.) werden diese Schwankungen um den Faktor $(1+SR_K)$ reduziert.Bei den von uns verwendeten Emissionsstromstärken (> 40 /uA) kann SR_K stets größer als etwa 10 gewählt werden $\left[(SR_K)_{max} = 100\right]$.Daher können die durch die Hochspannungsschwankungen bedingten,relativen Emissionsstromänderungen hinreichend klein gehalten werden (vgl.Fig.10).

c) Auf die Konstanz des Käfigstromes ist die Konstanz der Hochspannung insofern noch von Einfluß,als bei Hochspannungsänderungen $\Delta U_0/\Delta t$ über die Kapazität C_{KE} des Meßkäfigs gegen Erde Verschiebungsströme der Größe $\Delta J_K = C_{KE} \cdot \Delta U_0/\Delta t$ fließen.Infolge der gu-

ten elektrostatischen Abschirmung des Meßkäfigs durch die Bremselektrode (siehe Abschnitt 1.3.1.)beträgt die Kapazität C_{KE} nur 3.10^{-3}pF,so daß bei den allerdings selten vorkommenden Hochspannungsänderungen von 10 V/sec dem Rauschen des Gleichstromverstärkers von 8.10^{-15} A noch Stromspitzen $\Delta J_K \approx 3.10^{-14}$ A überlagert sind.Diese nur ganz vereinzelt auftretenden Stromspitzen sind in den Registrierkurven leicht als Störimpulse zu erkennen und können bei der Auswertung der Diagramme ohne weiteres elimniert werden.

1.6.2.Konstanz des Primärstrahls

Von großer Bedeutung bei einem direkten Meßverfahren ohne Monitor,wie z.B.bei der hier beschriebenen Anlage,ist die Konstanz des Primärstrahls.Schwankungen des Emissionsstromes haben Intensitätsschwankungen des Primärstrahls zur Folge.Sie können sehr verschiedene Ursachen haben: Inkonstanz der Hochspannung und der Wehneltspannung,Änderungen des Heizstromes der Kathode durch schwankende Heizspannung oder inkonstante Zuleitungskontakte,Vakuumschwankungen etc.

Um den Emissionsstrom zu stabilisieren,wurde eine Stromgegenkopplung eingebaut (siehe Fig.8).Dabei wird die Tatsache ausgenutzt, daß normalerweise das Strahlerzeugungssystem in dem Teil der Kennlinie $J_E(U_W)$ [J_E=Emissionsstrom,U_W=Wehneltspannung] betrieben wird, in dem J_E stark von U_W abhängt.Die Steilheit S beträgt ungefähr 10 µA/V,der Durchgriff D etwa 10^{-2}.Der Gegenkopplungswiderstand R_K kann stufenweise von 0 bis 20 MΩ variiert werden.Die Schwankungen des Emissionsstromes durch Änderungen der erwähnten Parameter werden dann um den Faktor ($1+SR_K$) herabgedrückt.

Anhand der Fig.9 sei die Wirkungsweise der Gegenkopplung kurz dargestellt:

Eingezeichnet ist die Charakteristik $J_E(U_W)$ des Strahlerzeugungssystems.Die Steilheit $\partial J_E / \partial U_W$ im Arbeitspunkt A_1 sei S.Ändert sich nun einer der oben erwähnten Parameter X_i (Hochspannung, Heizstrom,Druck im Rezipienten etc.) um δX_i,so wird die Charakteristik $J_E(U_W)$ in der Umgebung des Arbeitspunktes A_1 näherungsweise parallel zu sich verschoben.Die zum Parameter $X_i + \delta X_i$ gehörige Charakteristik ist in Fig.9 gestrichelt gezeichnet.Da die Wehneltspannung sich nicht ändert,springt der Arbeitspunkt des Strahler-

zeugungssystems von A_1 nach A_2', wenn keine Gegenkopplung vorliegt, d.h. der Emissionsstrom ändert sich um den Wert $\Delta J_E'$. Bei Anwendung der Gegenkopplung ist der Arbeitspunkt durch den Schnittpunkt der "Gegenkopplungsgeraden" $J_E = -\frac{U_W - U_W^o}{R_K}$ mit der Kennlinie $J_E(U_W)$ bestimmt. In Fig.9 wurden U_W^o und R_K so gewählt, daß der Arbeitspunkt wieder A_1 ist. (U_W^o = Batteriespannung). Ändert sich nun der Parameter X_i um δX_i, so wandert der Arbeitspunkt von A_1 auf der Gegenkopplungsgeraden bis zu dem Schnittpunkt A_2'' dieser Geraden mit der zum Parameter $X_i + \delta X_i$ gehörigen Kennlinie. Die resultierende Stromänderung ist jetzt $\Delta J_E''$. Wie aus Fig.9 unmittelbar hervorgeht, besteht zwischen $\Delta J_E'$ und $\Delta J_E''$ folgender Zusammenhang:

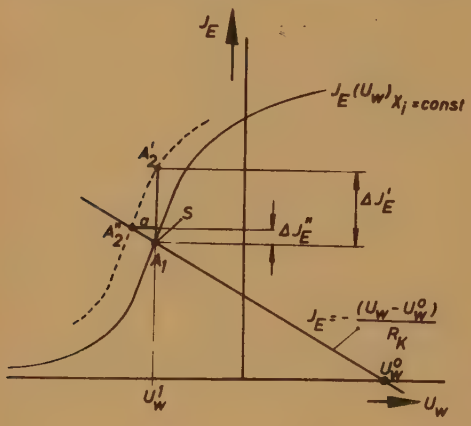


Fig.9. Zur Wirkungsweise der Gegenkopplung. (Nähere Erläuterung im Text).

$$\frac{\Delta J_E' - \Delta J_E''}{S} = a = \Delta J_E'' \cdot R_K$$

d.h. es ist

$$\Delta J_E'' = \frac{\Delta J_E'}{1 + SR_K}$$

Die Schwankungen $\Delta J_E'$ des Emissionsstromes durch Änderungen δX_i der oben genannten Parameter werden also um den Faktor $(1 + SR_K)$ reduziert. Durch geeignete Wahl von U_W^o und R_K kann man erreichen, daß der Arbeitspunkt A_1 in dem Teil der Kennlinie $J_E(U_W)_{X_i=const}$ liegt, der für den Betrieb des Strahlerzeugungssystems am günstigsten ist und weiterhin, daß $SR_K \gg 1$ ist.

Um bei der Messung von Energieverteilungen Schwankungen der Gegenspannung ΔU_g um den Wert $\Delta J_E \cdot R_K$ infolge von Emissionsstromänderungen ΔJ_E zu vermeiden, wird der Käfigstrom nicht durch den Gegenkopplungswiderstand geleitet, sondern direkt der Kathode zugeführt. In diesem Fall ist zwar das Bremspotential unabhängig vom Emissionsstrom, jedoch wird die Emissionsstromstabilisierung beein-

trächtigt,da nicht der (konstant zu haltende)Gesamtstrom J_E,sondern nur der um den Käfigstrom verringerte Gesamtstrom durch den Gegenkopplungswiderstand R_K fließt.Weil infolgedessen der Emissionsstrom durch die Gegenkopplung synchron mit dem Käfigstrom nachgeregelt wird,tritt bei der Messung von Energie-und Winkelverteilungen wegen der starken Käfigstromvariationen eine Verfälschung der Verteilungen auf.Es zeigt sich aber,daß dieser Fehler zu vernachlässigen ist,wenn das durch das Blendensystem (B_1,B_2,MB in Fig.2) der Apparatur gegebene Verhältnis von Primärstrahl-Stromstärke zur Gesamtemission J_E sehr klein ist.In unserer Anlage beträgt dieses etwa 10^{-3}.Damit ist die relative Abweichung der gemessenen von der wahren Streuverteilung höchstens von der Größenordnung 10^{-3}.

Durch diese Stromgegenkopplung wurde nach längerem Einlaufen der Anlage eine Konstanz von $|\Delta J_E/J_E| \lesssim 2.10^{-4}$ erreicht.Fig.10 zeigt

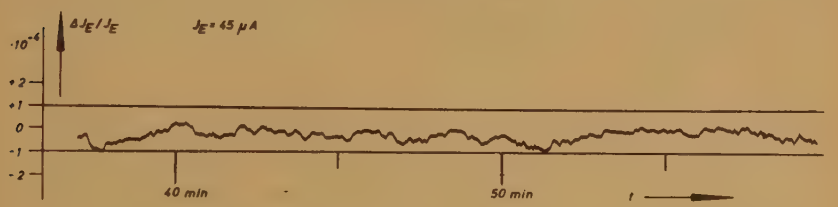


Fig.10.Ausschnitt aus einer Registrierung des Emissionsstromes J_E (J_E= 45 uA; R_K= 10 MΩ).

einen Ausschnitt aus einer Registrierung des Emissionsstromes über eine Stunde.Die Drift des Emissionsstromes,bedingt durch die Drift en von Wehnelt-und Heizakkuspannungen,sowie durch langsame Druckänderungen im Rezipienten,war geringer als 10^{-3} 1/h.Obwohl auf diese Weise die Konstanz des Emissionsstromes ausgezeichnet gesichert war,zeigte der ausgeblendete Primärstrahl noch relative Intensitätsschwankungen von einigen Prozent.Die Ursache hierfür waren Strahlrichtungsänderungen,hervorgerufen durch langsam veränderliche,magnetische Störfelder.Mit Hilfe eines Fluxmeters (Ruhstrat MGF 67) und einer Spule,deren Windungsfläche 4000 m^2 (Anzapfungen bei 0,1; 0,25; 0,5; 1;2;3 x10^3 m^2)beträgt,wurden diese Magnetfeldschwankungen gemessen.Die maximale Empfindlichkeit der Meßanordnung beträgt 4.10^{-9} Vsec/m^2 skt. Die langsamen Störfeldschwankungen erreichen

in den Hauptverkehrszeiten elektrischer Bahnen Werte von Δ B = 2.10^{-6} Vsec/m^2 und sinken nachts, in den Zeiten völliger Verkehrsruhe, unter Δ B = 10^{-7} Vsec/m^2. Fig.11 zeigt Ausschnitte von Registrierungen des Magnetfeldes.

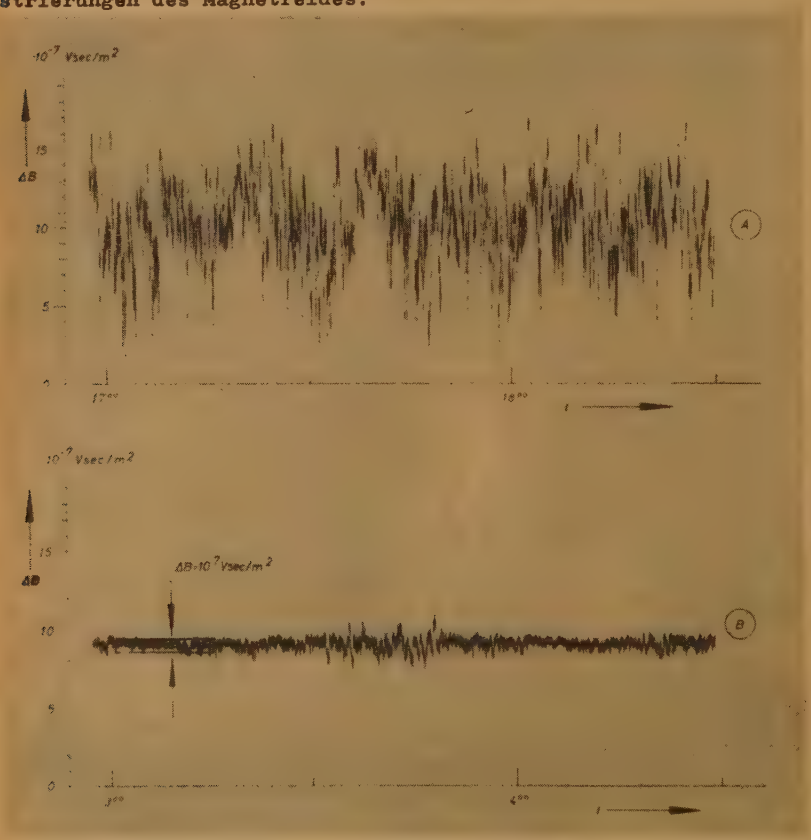


Fig.11. Ausschnitte aus einer Registrierung der Vertikalkomponente des magnetischen Erdfeldes: A) am Tage von 17^{00} bis 18^{30}
B) nachts von 3^{00} bis 4^{30}
(Die Empfindlichkeit der Meßanordnung betrug hier $1{,}5.10^{-8}$ Vsec/m^2Skt.).

Nimmt man an, daß die langsam veränderlichen Felder durch die 5mm starken Eisenwände des Elektronenlaufraumes um den Faktor 10 abgeschwächt werden, so betragen bei 30 keV-Elektronen die Strahlver-

schiebungen am Ort der Meßblende tagsüber bis zu 250 /u und etwa 13 /u nachts. Da eine wirksame Abschirmung der magnetischen Störfelder durch /u-Metall einen erheblichen Aufwand erfordert hätte, wurden, um die magnetischen Störungen zu umgehen, genaue Messungen nur nachts ausgeführt. In dieser Zeit kann über zehn bis zwanzig Minuten eine Konstanz des ausgeblendeten Primärstrahls von $|\Delta J_K / J_K| \lesssim 5.10^{-3}$ erreicht werden (siehe Fig.12).

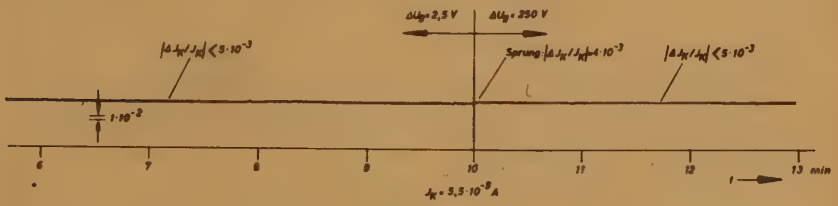


Fig.12. Registrierung des Primärstrahls J_K bei den Gegenspannungen ΔU_g = 2,5 V und ΔU_g = 250 V.
($j_o = 7.10^{-5}$ A/cm^2 ; U_o = 26 kV).

Die Störung durch das magnetische Wechselfeld (50 Hz), dessen Amplitude am Ort der Apparatur maximal 4.10^{-7} Vsec/m^2 beträgt, ist unwesentlich. Das magnetische Wechselfeld im Elektronenlaufraum ist infolge der Abschirmung durch die Eisenwände wesentlich schwächer. Es besitzt eine Amplitude von etwa 10^{-8} Vsec/m^2. Durch dieses Wechselfeld werden am Ort der Meßblende Strahlpendelungen von etwa 15 /u (U_o = 30 kV) verursacht. Da die obere Grenzfrequenz unseres Elektronennachweisgerätes (≈ 2 Hz) wesentlich kleiner als 50 Hz ist, so bewirken diese schnellen Strahlpendelungen nur eine geringe Verwaschung der gemessenen Streuverteilung.

Um die Verringerung des Käfigstromes durch die an der Wand des Meßkäfigs gebildeten Sekundärelektronen, die den Käfig verlassen können, zu messen, wurde die Primärstrahlintensität bei zwei verschiedenen Werten des Bremspotentials (ΔU_g = + 2,5 V ; ΔU_g = + 250 V) registriert. Dabei ergab sich ein relativer Intensitätsunterschied von weniger als 1% (vgl. Fig.12). Wenn man annimmt, daß die Sekundärelektronenausbeute bei 2,5 eV-Elektronen zu vernachlässigen ist, so gibt dieser Wert die "Sekundärelektronenausbeute" unserer speziellen Käfiganordnung bei 250 eV-Elektronen an.

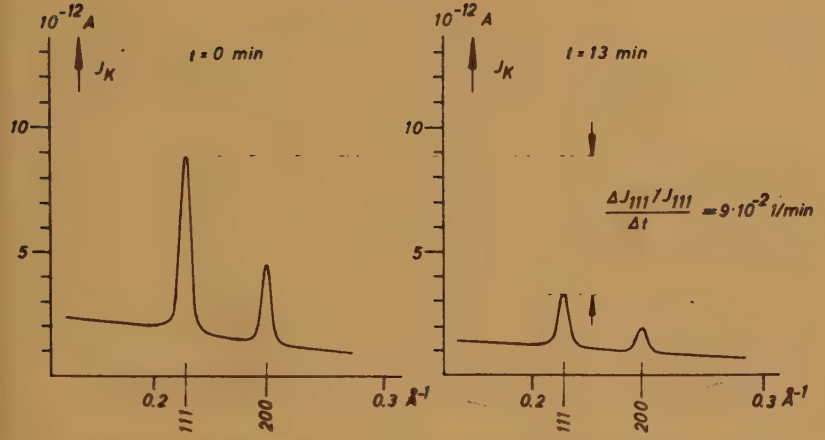
1.6.3.Objektkonstanz

Um im Streudiagramm Stromdichten zu erhalten,die bei dem angestrebten Winkelauflösungsvermögen mit dem Gleichstromverstärker noch meßbar sind,muß die Primärstrahlstromdichte wesentlich höher als bei photographischen oder Zählrohr-Intensitätsmessungen gewählt werden.Bei diesen liegt die Objektbelastung bei etwa 10^{-7} bzw. 10^{-9} A/cm^2 3,51),während sie in unserer Anlage bis zu $1{,}9.10^{-3}$ A/cm^2 beträgt+).Die Stromdichten bei elektronenmikroskopischen Untersuchungen mit hoher Auflösung liegen oberhalb von 10^{-2} A/cm^2.

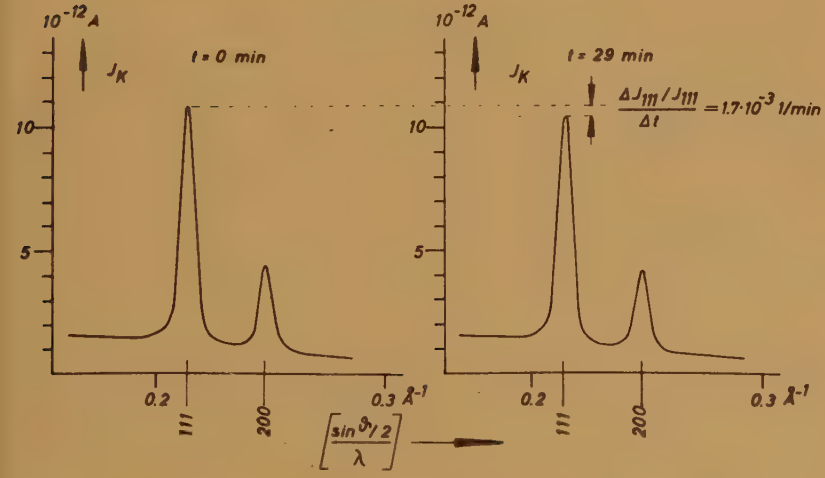
Die maximale Temperaturerhöhung des Objektes (200 Å dicke polykristalline Aluminiumschicht) durch den Elektronenstrahl beträgt bei einer Stromdichte von 2.10^{-3} A/cm^2 etwa 80°C 23).Wesentlich störender als diese Objekterwärmung ist die durch die relativ starke Stromdichtebelastung bedingte,hohe Verschmutzungsrate des Objektes[24].Es zeigte sich während der Meßzeit von 10 min eine erhebliche Veränderung der Streuverteilung,nämlich eine Zunahme des kontinuierlichen Untergrundes im ungefilterten Streudiagramm und eine starke Abnahme der Interferenzintensitäten sowohl im gefilter-

---

+) Nach unseren Messungen an einer polykristallinen Aluminiumfolie (Strahlquerschnitt 100^2/u^2,Schichtdicke 200 Å,Kristallitgröße 200 Å) beträgt bei einer Objektbelastung von 10^{-3}A/cm^2 und einer Elektronenenergie von 45 keV die maximale Stromdichte im 220-Ring $2{,}4.10^{-10}$ A/cm^2.Der Abstand Objekt-Meßblende beträgt 1200 mm (siehe 1.2.5.). Rechnen wir die Stromdichte J_{220}^{max} auf einen Abstand von 300 mm um, wie er in Anlagen mit photographischer Registriereinrichtung normalerweise vorliegt,so erhalten wir $j_{220,30cm}^{max} = 3{,}8.10^{-9}$ A/cm^2.Die Empfindlichkeit der Photoplatte für 45 keV-Elektronen beträgt im Mittel etwa 10^{-11}Asec/cm^2 (Schwärzung S=0,5).Wenn wir bei einer photographischen Intensitätsmessung als Belichtungszeit 5 sec annehmen und für die Maximalintensität des 220-Ringes eine Schwärzung von 0,5 fordern,so ist eine Stromdichte von $j_{220}^{max} = 2.10^{-12}$ A/cm^2 erforderlich.Hieraus ergibt sich mit $(j_{220}/j_o)_{L=30cm} = 3{,}8.10^{-6}$ (s.o.) die für eine photographische Messung notwendige Objektbelastung zu $j_o' = 5{,}3.10^{-7}$ A/cm^2.Dieser Wert stimmt also gut mit den obigen Angaben von anderen Autoren überein.



a) Elastische Streuverteilung in der Umgebung der Debye-Scherrer-Ringe 111 und 200 zur Zeit t = 0 und t = 13 min ohne Kühlung.



b) wie a), jedoch zur Zeit t = 0 und t = 29 min mit Kühlung.

Fig. 13. Veränderung der Streuverteilung durch Objektverschmutzung während einer Bestrahlungszeit von 13 min (a) bzw. 29 min (b). In den hier wiedergegebenen Registrierkurven des mit ΔU_g = 2,5 V gefilterten Al-Streudiagramms erkennt man deutlich die Wirkung der Objekt-Kühlfalle. ($j_o = 10^{-3}$ A/cm^2 ; U_o = 45 kV).

ten als auch im ungefilterten Diagramm++).Diese Erscheinung ist bedingt durch die zunehmende Streuabsorption des Primärstrahls und der Interferenzstrahlen in der aufwachsenden Fremdschicht.

Wir haben die zeitliche Abnahme der Interferenzintensitäten als ein Maß für die Verschmutzungsgeschwindigkeit benutzt.Die Messung an Aluminium ergab z.B.,daß die Ringintensitäten im gefilterten Streudiagramm um etwa 10% in der Minute abnahmen (siehe Fig.13). Um diese hohe Verschmutzungsgeschwindigkeit zu reduzieren,haben wir durch die im Abschnitt 1.2.3. beschriebene Kühlvorrichtung die Temperatur der Objektumgebung stark herabgesetzt.Es zeigte sich, daß die Verschmutzungsrate durch diese Maßnahme um den Faktor 45, also etwa im Verhältnis der angegebenen Raumwinkelverkleinerung herabgesetzt wurde.Die verbleibende Abnahme der elastischen Interferenzintensitäten von 2.10^{-3} /min (siehe Fig.13 b) war für unsere Messungen durchaus tragbar,zumal da dieser geringe,zeitlich monotone Gang noch korrigiert werden kann.

1.7.Kritik der Gegenfeldanlage und Vergleich mit anderen Meßanordnungen

Die wesentlichen Eigenschaften der hier beschriebenen Anordnung zur Messung der Energie-und Winkelverteilung gestreuter Elektronen sind durch die Verwendung des Gegenfeldes als Energieanalysator und eines Gleichstromverstärkers mit Galvanometer als Elektronennachweisgerät bedingt.Diese Eigenschaften sollen im folgenden noch einmal zusammengefaßt werden:

Mit der Gegenfeldanordnung wird die integrale Energieverteilung

$$F(E) = \int_{E}^{\infty} j(\varepsilon)\, d\varepsilon$$

der Elektronen gemessen.Hieraus kann die Verteilung $j(\varepsilon)$,welche mit den in der Einleitung erwähnten Spektrometern[13,14] unmittelbar gemessen wird,erst durch graphische Differentiation gewonnen werden,ein Verfahren,daß nicht sehr genau und außerdem sehr zeitraubend ist.Diese Tatsache ist manchmal als Einwand gegen die Anwendung der Gegenfeldmethode in Elektronen-Spektrometern erhoben wor-

---

++)Im gefilterten Streudiagramm wird je nach der Dicke der amorphen Aufwachsschicht der kontinuierliche Untergrund zu-oder abnehmen.

den. Abgesehen davon, daß man bei Anwendung eines Differenzierverstärkers[25] in einer Gegenfeldanordnung auch die Energieverteilung $j(E)$ unmittelbar erhalten kann, besitzt das Gegenfeld als Energieanalysator eine Reihe von Vorzügen:

Die Konstruktion der Gegenfeldanordnung ist einfach und übersichtlich.

Die Energieanalyse ist unabhängig vom Absolutwert und von Schwankungen der Beschleunigungsspannung (siehe 1.3.1.). Das Energieauflösungsvermögen des Gegenfeldes allein ist durch die Divergenz und den Durchmesser des ausgeblendeten Elektronenbündels bestimmt. Es beträgt bei der benutzten Stahldivergenz von 3.10^{-4} rad etwa 0,03 eV (U_o = 45 kV).

Manche Größen des Energiespektrums, z.B. der mittlere Energieverlust, lassen sich bequem aus der integralen Energieverteilung entnehmen[26].

Die Energieverteilung der elastisch gestreuten Elektronen wird im wesentlichen durch die Energieverteilung der Primärelektronen bestimmt. Deshalb ist es sinnvoll, bei der Registrierung der elastisch gestreuten Elektronen über deren Energieverteilung zu integrieren. Dies geschieht in der Gegenfeldanordnung bei geeigneter Wahl des Bremspotentials unmittelbar. Ferner gestattet es die Gegenfeldanordnung, den Unterschied zwischen gefilterten ("elastischen") und ungefilterten Streudiagrammen sofort zu übersehen und dadurch z.B. einen Vergleich mit früheren Atomformfaktormessungen durchzuführen.

Mit der Gegenfeldanordnung werden die Energie-und Winkelverteilungen gestreuter Elektronen durch zeitliche Variation der entsprechenden Parameter (Bremspotential, Koordinaten der Meßblende im Streudiagramm) erfaßt. Die für die Registrierung der Streuverteilung erforderliche Zeit wird durch die Einstellzeit des Elektronennachweisgerätes bestimmt. Bei photographischen Intensitätsmessungen dagegen können innerhalb einer verhältnismäßig kurzen "Meßzeit" simultan drei Parameter der Streuverteilung erfaßt werden. Gegenüber solchen Anlagen, in denen die photographische Platte als Registrierorgan verwendet wird, muß man also (bei gleichartigen Streumessungen) mit wesentlich längeren Meßzeiten rechnen.

Wir haben als Elektronennachweisgerät einen Gleichstromverstärker mit Galvanometer gewählt, da die direkte Strommessung, besonders bei absoluten Intensitätsmessungen, sehr zuverlässig ist.

Die Intensitätsmessung erfolgt mit einer Genauigkeit von 2% (s.u.).

Ein weiterer Vorteil dieser Meßanordnung ist der große, erfaßbare Intensitätsumfang. Während z.B. die Photoplatte nur ein Intensitätsverhältnis von etwa 10:1 erfassen kann und also zur Registrierung der in einem Streudiagramm auftretenden Intensitätsverhältnisse von 10^7 : 1 zahlreiche Anschlußmessungen erforderlich sind, besitzt unsere Anordnung einen Meßumfang von 10^{-14} bis 10^{-2} A.

Der Gesamtstrom des aus der Streuverteilung ausgeblendeten Elektronenbündels ist einerseits durch die Größe der Meßblende, andererseits durch die Primärstrahlintensität am Objekt gegeben. Da dieser Strom des Elektronenbündels größer als das Rauschen des Gleichstromverstärkers (8.10^{-15}A) sein muß, sind das Winkelauflösungsvermögen und diejenigen Eigenschaften, welche durch die Primärstrahlstromdichte j_o bedingt sind, wie die Energiebreite des Primärstrahls und die Objektverschmutzung, miteinander gekoppelt. Daher sind sowohl das Winkel- wie auch das praktische Energieauflösungsvermögen unserer Anordnung prinzipiell durch das Rauschen des Gleichstromverstärkers begrenzt.

Durch Anwendung von Elektronenlinsen würde sich einerseits das Winkelauflösungsvermögen verbessern und andererseits die Objektbelastung durch Bestrahlung größerer Objekte reduzieren lassen. Eine weitergehende Verbesserung der Eigenschaften der Gegenfeldanlage läßt sich schließlich nur durch den Einsatz empfindlicherer Registrierorgane (z.B. Multiplier, Zählrohr) erreichen.

Die folgenden Zahlenangaben, welche den Einfluß der Grenzempfindlichkeit und der Einstellzeit ($= 0{,}7.T_o \approx 0{,}4$ sec) unserer Meßanordnung deutlich machen sollen, beziehen sich auf Messungen der an einer polykristallinen Aluminium-Folie gestreuten 20 bis 50 keV-Elektronen (siehe Abschnitt 2.5.).

a) Winkelauflösungsvermögen und Primärstrahlstromdichte

Die für die Registrierung des Streudiagramms notwendige Stromdichte des Primärstrahls beträgt etwa 10^{-3} A/cm^2. Bei der Primärstrahldivergenz von $3{,}2.10^{-4}$ rad (vgl. Abschnitt 1.2.2.) und Verwendung eines Spaltes vom Querschnitt 0,4 . 4 mm^2 (siehe 1.2.5.) als Meßblende beträgt die Winkelauflösung etwa 5.10^{-4} rad. Eine Verbesserung dieses Wertes durch Einbau feinerer Blenden ist nicht möglich, da die oben genannte Stromdichte von 10^{-3} A/cm^2 nicht erhöht werden darf (Objektverschmutzung, Energiebreite des Primärstrahls).

Andererseits kann eine Verringerung der Winkelauflösung in Verbindung mit einer Herabsetzung der Objektbelastung bei den Intensitätsmessungen im Al-Debye-Scherrer Diagramm (Ringbreite $5{,}4.10^{-4}$rad) nicht in Kauf genommen werden.

b) Energieauflösungsvermögen

Während das Energieauflösungsvermögen des Gegenfeldes bei der Primärstrahldivergenz von $3{,}2.10^{-4}$ rad etwa 0,03 eV beträgt,ist die praktisch erreichbare Energieauflösung durch die spektrale Breite des Primärstrahls bestimmt,welche ihrerseits von der an die Grenzempfindlichkeit des Verstärkers angepaßten Strahlstromdichte abhängt und bei einer Stromdichte von 10^{-3} A/cm^2 etwa 1,5 eV beträgt.

c) Objektveränderung

Mit dieser hohen Stromdichte sind eine Temperaturerhöhung des Objektes von ca.80°C und vor allem eine starke Verschmutzungsrate des Objektes verknüpft,welche aber durch die im Abschnitt 1.2.3. beschriebene Abschirmung reduziert werden kann.

d) Meßzeit

Wesentlich ist diese Maßnahme zur Herabsetzung der Objektverschmutzung dann,wenn das gesamte Debye-Scherrer Diagramm von 0 bis 0,1 rad registriert wird.Die hierfür benötigte Meßzeit beträgt etwa 10 min.Diese verhältnismäßig lange Meßzeit macht auch Maßnahmen zur Konstanthaltung des Primärstrahls erforderlich (vgl.1.6.2.).

In umfassender Vergleich der Gegenfeldanordnung mit anderen bisher bekannt gewordenen Methoden zur Intensitätsmessung gestreuter Elektronen würde zu weit führen,und wir wollen uns daher mit einigen Andeutungen begnügen.

Zu einem Vergleich mit den bereits erwähnten Spektrometern[13,14] läßt sich sagen,daß bei diesen Anlagen wegen der empfindlicheren Registrierorgane (Photoplatte,Multiplier) die Strahlstromdichten und damit bei gleichartigen Streumessungen sowohl die Objektverschmutzung als auch die spektrale Breite des Primärstrahls vermutlich kleiner sind (Genaue Zahlenangaben fehlen in den zitierten Veröffentlichungen).

Hinsichtlich Objektbelastung j_o,Meßzeit T_m,Dosisbelastung $j_o.T_m$ des Objektes und Meßgenauigkeit läßt sich ein Vergleich der Gegenfeldanordnung mit anderen Meßanordnungen durchführen,sofern mit diesen Anlagen ebenfalls Intensitätsmessungen in Debye-Scher-

rer -Diagrammen gemacht worden sind. Solche Messungen wurden z.B. mit der photographischen Platte und mit dem Zählrohr ausgeführt.[3] In der folgenden Tabelle sind die entsprechenden Werte einander gegenüber gestellt:

Tabelle 2

	j_o [A/cm^2]	T_m	$j_o \cdot T_m$ [Asec/cm^2]	Meßgenauigkeit ++)
Verstärkermessung	$\lesssim 10^{-3}$	$\approx$ 10 min	$\lesssim 5.10^{-1}$	2%
photogr. Messung	$\approx 10^{-6} - 10^{-7}$	$\lesssim$ 100 sec	$\approx 10^{-4}$	6 - 8%
Zählrohrmessung+)	$\approx 5.10^{-9}$	$\approx$ 4 h	$\approx 2.10^{-5}$	3%

+) Die Bestrahlungszeit ist wegen der intermittierenden Belastung des Objektes geringer als die gesamte Meßzeit.

++) bei den intensiven Ringen des Debye-Scherrer-Diagramms

Die Vorteile der Gegenfeldanordnung, nämlich die hohe Meßgenauigkeit, der große, von der Meßeinrichtung erfaßbare Intensitätsumfang, die Möglichkeit der Energieanalyse in jeder Streurichtung, lohnen den apparativen Aufwand für die Bearbeitung einer Reihe von Fragen der Wechselwirkung von schnellen Elektronen mit dem Festkörper.

2.MESSUNG DER INTENSITÄTSVERTEILUNG IN ALUMINIUM-DEBYE-SCHERRER DIAGRAMMEN

2.1.Einleitung

Untersuchungen von dünnen Festkörperschichten mit Hilfe von Elektroneninterferenzen werden in den meisten Fällen mit dem Ziel durchgeführt,Aussagen über die Anordnung und die Abstände der Atome innerhalb des Festkörpers zu gewinnen.Hierzu müssen die Lagen der Interferenzmaxima gemessen werden.

Eine weitergehende Strukturbestimmung des Festkörpers,nämlich die Bestimmung der Ladungsdichte- bzw. Potentialverteilung innerhalb des Festkörpers,erfordert eine Messung der Intensitäten der gestreuten Elektronen.Zwischen der Struktur $V(\vec{r})$ des Festkörpers und der Winkelverteilung der Streuintensität besteht nach der kinematischen Theorie der elastischen Streuung ein verhältnismäßig einfacher Zusammenhang.Dieser bildet die Grundlage für die heute üblichen Verfahren zur Strukturbestimmung mit Elektroneninterferenzen.Im Hinblick auf die Bedeutung der Strukturuntersuchungen erscheint es interessant,durch geeignete Experimente die Gültigkeitsgrenzen der kinematischen Theorie zu bestimmen.

Solche Untersuchungen wurden mit der Gegenfeldanlage durchgeführt.Zu diesem Zweck wurden die Intensitäten der elastisch an einer polykristallinen Aluminium-Folie gestreuten Elektronen gemessen.Dabei werden unter "elastisch"gestreuten Elektronen solche verstanden,deren Energieverlust kleiner als die Energiebreite des Primärstrahls ($\approx$ 1,5 eV) ist.Bei diesen Messungen wurde die Abhängigkeit der Ringintensitäten von dem für die elastische Streuung an Kristallen maßgebenden Parameter $A_f = V_f . D . \lambda$ (siehe 2.2.) untersucht.Auf diese Weise lassen sich Aussagen über die Gültigkeitsgrenzen der kinematischen Theorie gewinnen.

Im folgenden sollen zunächst die theoretischen Grundlagen der Elektronenstreuung[27] zusammengestellt und anschließend die Intensitätsmessungen eingehend besprochen werden.

2.2.Theoretische Vorbemerkungen

Die elastische Streuung von Elektronen der Energie E im Potentialfeld $\phi(\vec{r})$ des Streukörpers wird durch die Schrödingergleichung

$$(11)\quad \left[\frac{\hbar^2}{2m_0}\Delta + E - V(\vec{r})\right]\Psi = 0\,;\quad V(\vec{r}) = -e_0\phi(\vec{r})$$

beschrieben. Durch Anwendung des Greenschen Satzes kann diese Differentialgleichung in die folgende Integralgleichung übergeführt werden:

$$\Psi(\mathfrak{r}) = \Psi_0(\mathfrak{r}) - \frac{2\pi m_0}{\hbar^2} \int_{V(\mathfrak{r}_K)\neq 0} V(\mathfrak{r}_K)\Psi(\mathfrak{r}_K)\frac{e^{ik|\mathfrak{r}-\mathfrak{r}_K|}}{|\mathfrak{r}-\mathfrak{r}_K|}\,d\tau_K \tag{12}$$

wobei $\Psi_0(\mathfrak{r})$ die ungestörte Primärwelle, also die Lösung für $V(\mathfrak{r})=0$ ist. Das Integral

$$\Psi_s(\mathfrak{r}) = -\frac{2\pi m_0}{\hbar^2} \int_{V\neq 0} V(\mathfrak{r}_K)\{\Psi_0+\Psi_s\}_{\mathfrak{r}_K}\frac{e^{ik|\mathfrak{r}-\mathfrak{r}_K|}}{|\mathfrak{r}-\mathfrak{r}_K|}\,d\tau_K \tag{13}$$

stellt die Streuwelle dar, welche in hinreichend großer Entfernung vom (endlich ausgedehnten) Streukörper die Gestalt

$$\Psi_s(\mathfrak{r}) = -\frac{2\pi m_0}{\hbar^2}\frac{e^{ikr}}{r}\int V(\mathfrak{r}_K)\{\Psi_0+\Psi_s\}_{\mathfrak{r}_K}\cdot e^{-i(\mathfrak{R}_s,\mathfrak{r}_K)}d\tau_K \tag{14}$$

annimmt (Fraunhofersche Näherung). Die <u>Bornsche Näherungslösung</u> ergibt sich unter der Voraussetzung, daß $|\Psi_s| \ll |\Psi_0|$ ist. Dann reduziert sich die obige Integralgleichung zu einem Integralwert für $\Psi_s(\mathfrak{r})$. Dieser Ausdruck ist die <u>kinematische Streuformel</u>, welche für eine ebene Primärwelle $A_0 e^{i(\mathfrak{R}_e,\mathfrak{r})}$ besonders einfach aussieht:

$$\Psi_s(\mathfrak{R}_e-\mathfrak{R}_s,r) = -\frac{2\pi A_0 m_0}{\hbar^2}\frac{e^{ikr}}{r}\int V(\mathfrak{r}_K)e^{i(\mathfrak{R}_e-\mathfrak{R}_s,\mathfrak{r}_K)}d\tau_K \tag{15}$$

Die Streufunktion ist unter diesen Bedingungen also der Fouriertransformierten der Potentialverteilung im Streukörper proportional. Bei endlich ausgedehnten Streukörpern besteht zwischen der Fouriertransformation der Potentialverteilung und der Fouriertransformation der Ladungsverteilung folgender Zusammenhang:

$$\mathfrak{V}(\mathfrak{f}) = \frac{e_0}{4\pi^2\varepsilon_0|\mathfrak{f}|^2}\,\mathfrak{R}(\mathfrak{f}) \tag{16}$$

Dabei ist

$$\mathfrak{V}(\mathfrak{f}) = \int V(\mathfrak{r})e^{-2\pi i(\mathfrak{f},\mathfrak{r})}d\tau \quad ; \quad \mathfrak{R}(\mathfrak{f}) = \int \varrho(\mathfrak{r})e^{-2\pi i(\mathfrak{f},\mathfrak{r})}d\tau$$

Bei der Streuung am Einzelatom, dessen Potentialverteilung kugelsymmetrisch ist, hängt die Streufunktion Ψ_s nicht von der Einschußrichtung $\mathfrak{R}_e$ sondern allein von $|\mathfrak{R}_e-\mathfrak{R}_s| = 2\pi|\mathfrak{f}| = \frac{4\pi\sin\vartheta/2}{\lambda}$ (ϑ = Streuwinkel) ab. Man bezeichnet den Ausdruck

$$g\left(\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}\right) = \frac{2\pi m_0}{\hbar^2}\int_{\text{Atom}} V(\mathfrak{r})e^{-2\pi i(\mathfrak{f},\mathfrak{r})}d\tau \qquad [m] \tag{17}$$

welcher der Fouriertransformierten der Potentialverteilung des Atoms proportional ist, als <u>Atomformamplitude für Elektronen</u>, welche unter Benutzung des Zusammenhangs (16) auch in der Form

$$g\left(\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}\right) = \frac{m_0 e_0^2}{8\pi\varepsilon_0\hbar^2}\,\frac{\left[Z - f_R\left(\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}\right)\right]}{\left(\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}\right)^2} \qquad [m] \tag{18}$$

geschrieben werden kann. Dabei ist

$$f_R\left(\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}\right) = \frac{1}{e_o}\int \varrho(\kappa)\, e^{-2\pi i(\xi,\kappa)}\, d\tau$$

die Fouriertransformierte der Elektronendichteverteilung des Atoms (= Atomformamplitude für Röntgenstrahlen). Die Funktion $f_R\left(\frac{\sin\vartheta/2}{\lambda}\right)$ ist unter der Annahme kugelsymmetrischer Ladungsverteilung für viele Atome berechnet worden. Damit ist eine Prüfung der kinematischen Streuformel für Gase, nämlich der Vergleich zwischen den berechneten und den gemessenen Atomformfaktoren $\left[g(\sin\vartheta/2/\lambda)\right]^2$ möglich.

Es soll nun die Elektronenstreuung an einem Kristall näher betrachtet werden. Das Potentialfeld eines (hinreichend ausgedehnten) Kristalls kann als Fourierreihe +)

$$V(\kappa) = \sum_{\xi_o} V_\xi \cdot e^{2\pi i(\xi_o,\kappa)} \tag{19}$$

dargestellt werden, wobei sich die Fourierkoeffizienten V_ξ aus der Beziehung

$$V_\xi = \frac{1}{V_z}\int_{\text{Elementarzelle}} V(\kappa)\, e^{-2\pi i(\xi_o,\kappa)}\, d\tau \tag{20}$$

berechnen lassen. Unter Benutzung von (16) ergibt sich:

$$V_\xi = \frac{e_o}{4\pi^2\varepsilon_o V_z |\xi_o|^2}\int_{\text{Elementarzelle}} \varrho(\kappa)\, e^{-2\pi i(\xi_o,\kappa)}\, d\tau \tag{21}$$

Die Auswertung der kinematischen Streuformel für die Streuung von Elektronen der Wellenlänge λ an einem Kristall, welcher in Richtung des Einschußvektors $\mathcal{R}_e$ die Ausdehnung D und senkrecht dazu den Querschnitt F besitzt, liefert folgenden Ausdruck für die in einen Reflex strömende Intensität:

$$I_{\xi_o} = j_o \cdot F \cdot \frac{m_o^2 4\pi^2}{h^4}\left[|V_\xi| \cdot D \cdot \lambda\right]^2 \tag{22}$$

Dabei ist vorausgesetzt, daß der Anregungsfehler gleich Null, also $\xi = \xi_o\ [\Theta_\xi = 0]$ ist. Die Interferenzintensitäten I_{ξ_o} sind danach u.a. durch die Strukturfaktoren $|V_\xi|^2$ bestimmt, deren Kenntnis also notwendig ist, wenn man die kinematische Streuformel prüfen will. Nun bereitet aber die strenge Berechnung der Ladungs- bzw. Potentialverteilung des Festkörpers erhebliche Schwierigkeiten, und man berechnet deshalb diese Verteilungen näherungsweise folgendermaßen:

+) Im folgenden bedeutet ξ_o einen reziproken Gittervektor. Bei solchen Größen, die nur für $\xi = \xi_o$ Bedeutung haben (z.B. p_ξ, V_ξ, A_ξ), wird der Index o weggelassen.

Wie oben erwähnt,ist die Ladungsverteilung des Einzelatoms für sehr viele Elemente berechnet worden.In erster Näherung wird nun die Ladungsverteilung im Festkörper diejenige sein,die sich ergibt, wenn man die kugelsymmetrische Ladungsverteilung der in den Gitterpunkten angeordneten Atome ungestört überlagert:

$$(23) \qquad \rho(r) = \sum_{r_{gi}} \rho_i (r - r_{gi})$$

(r_{gi} :Gittervektor zum Atom der Sorte i ,dessen Ladungsverteilung ρ_i ist).Man vernachlässigt also die durch die Bindung der Atome im Festkörper verursachte Deformation der kugelsymmetrischen Ladungsverteilung.Diese Deformation wird praktisch nur die kernferne Elektronendichteverteilung des einzelnen Atoms betreffen.Entsprechend wie die Überlagerung der Ladungsverteilung sieht die Superposition der Atompotentiale und damit der Aufbau des Festkörperpotentials aus.In dieser Näherung ergibt sich also:

$$(24) \int_{\text{El.-Zelle}} \rho(r) e^{-2\pi i (s_0, r)} d\tau = \sum_{r_K (\text{El.-Zelle})} e^{-2\pi i (s_0, r_K)} \int_{\text{Atom K}} \rho_K(r) e^{-2\pi i (s_0, r)} d\tau$$

Handelt es sich um Atome gleicher Sorte,so ergibt sich,wenn wir

$$S(s_0) = \sum_{r_K} e^{-2\pi i (s_0, r_K)}$$

setzen,folgende Bestimmungsgleichung für die Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials:

$$(25) \quad V_g = \frac{h^2 S(s_0)}{2\pi m_0 V_z} g(|s_0|) = \frac{e_0^2 S(s_0)}{4\pi^2 \varepsilon_0 V_z |s_0|^2} [Z - f_R(|s_0|)] \quad [\text{VAsec}]$$

Damit lassen sich aus den tabellierten Werte für $f_R(|s|)$ bzw. $g(|s|)$ die Strukturfaktoren $|V_g|$ berechnen.Für den kubisch-flächenzentrierten Aluminiumkristall ($S(s_0) = 4$ für alle in der Fourierentwicklung vorkommenden Vektoren s_0) erhält man zahlenmäßig:

$$(26) \quad \left|\frac{V_g}{e_0}\right| = |\phi_g| = 2{,}73 \cdot 10^{10} \cdot g(|s_0|) \quad \text{V}$$

woraus unter Benutzung der von Tomiie und Stam[28] berechneten Funktion $f_R(|s|)$ z.B.folgt:

$$\phi_{111}^{Al} = 6{,}08 \text{ V} \quad ; \quad \phi_{444}^{Al} = 0{,}96 \text{ V}$$

Bei der Prüfung der kinematischen Streuformel werden die auf diese Weise berechneten Fourierkoeffizienten $|V_g|$ des Kristallpotentials zugrunde gelegt.Da absolute Intensitätsmessungen sehr schwierig

durchzuführen sind,begnügt man sich meist mit Relativmessungen.Bei einer solchen Prüfung der kinematischen Streuformel stellt man fest,ob bei Schichten einer bestimmten Substanz,unabhängig von der Elektronenenergie und unabhängig von der Kristallitgröße,die Verhältnisse der Reflexintensitäten durch die Verhältnisse der Strukturfaktoren $|V_g|^2$ bestimmt sind,wie es nach der kinematischen Streuformel (22)

$$I_{g_0} = \text{const.}\,[D\cdot\lambda]^2\cdot|V_g|^2$$

der Fall sein sollte.Es muß aber beachtet werden,daß sich Abweichungen der gemessenen von den berechneten Intensitätsverhältnissen auch bei echter kinematischer Streuung dadurch ergeben können, daß die wahren Werte $|V_g|$ von den näherungsweise berechneten stark abweichen,weil entweder im Festkörper eine starke Deformation der ursprünglich kugelsymmetrischen Ladungsverteilung der Atome vorliegt oder weil das Kristallgitter durch unbekannte Strukturfehler erheblich gestört ist.

Die thermische Bewegung der Gitteratome führt zu einer Verringerung der gestreuten Intensität gemäß des auch für Elektronenstreuung als gültig angenommenen,für Röntgenstreuung berechneten und experimentell eingehend geprüften Faktors[29-31)]

(27)
$$D = e^{-2C|g|^2}$$

Dabei ist

$$C = \frac{6\hbar^2}{4m_0 k\Theta}\left[\frac{1}{4} + \frac{T}{\Theta}\int_0^{\Theta/T}\frac{x\,dx}{e^x-1}\right]$$

In einigen Untersuchungen[32-34)] wurde auch für Elektronenstreuung eine Prüfung dieser Temperaturkorrektion der Reflexintensitäten durchgeführt und eine gute Übereinstimmung zwischen den experimentellen und den theoretischen Werten für die charakteristische Temperatur Θ gefunden.

Durch diese Temperaturkorrektion wird der Verlauf des Atomformfaktors

(28)
$$\left[g(T,|g|)\right]^2 = \left[g(|g|)\cdot e^{-C|g|^2}\right]^2$$

mit zunehmender Temperatur steiler,und für die maximale Intensität eines Reflexes erhält man:

(29)
$$I_{g_0} = j_0\cdot F\,\frac{4\pi^2 m_e^2}{\hbar^4}\left[|V_g|\cdot D\cdot\lambda\cdot e^{-C|g|^2}\right]^2$$

Zur Prüfung der kinematischen Streuformel wurden bei fast allen zu diesem Zweck durchgeführten Untersuchungen polykristalline Schichten verwendet und die Intensitätsverteilung in den Debye-Scherrer-Diagrammen gemessen. Das hat folgende Gründe: Einerseits ist in den Interferenzmaxima eine Auslese der elastisch gestreuten Elektronen, deren Intensität ja gemessen werden soll, gegeben, (wodurch diese Methode z.B. gegenüber der Analyse von Gasinterferenzen erheblich im Vorteil ist) und andererseits werden bei der Registrierung eines Debye-Scherrer-Diagramms praktisch alle Reflexe und damit auch alle wesentlich interessierenden Fourierkoeffizienten $|V_g|$ simultan erfaßt.

Nach der kinematischen Theorie ergibt sich für die Stromdichteverteilung innerhalb eines Debye-Scherrer-Ringes der Ordnung g, unter der Voraussetzung, daß alle N bestrahlten Kristallite der Schicht eine isotrope Richtungs- Form- und Größenverteilung besitzen, näherungsweise folgender Ausdruck:

$$(30)\quad j(r_0+\Delta r) = j_0 \cdot \frac{N\cdot\pi\cdot V_z^2\cdot m_0^2}{L^2 h^4}\cdot\frac{P_g}{|g_0|^2}|V_g|^2\cdot f(|\Delta g|)$$

(j_0 = Primärstrahlstromdichte , L = Abstand Objekt-Registrierebene). Der Vektor Δg ist parallel zu g_0 . Die Funktion $f(|\Delta g|) = f(-|\Delta g|)$ ist das Integral

$$(31)\quad f(|\Delta g|) = \int_{\mathcal{T}} |G|^2 d\sigma$$

über $|G|^2$ (Laue-Funktion) längs einer Ebene $\mathcal{T}$, die senkrecht auf dem Vektor g_0 steht und durch den Punkt $g_0+\Delta g$ geht. Die Funktion $f(|\Delta g|)$ besitzt bei $\Delta g = 0$, d.h. bei $r = r_0 = L.\lambda.|g_0|$ ein Maximum.

Die Linienstromdichte J_{g_0} eines Ringes erhält man durch Integration über das Ringprofil

$$(32)\quad J_{g_0} = \int_{(g_0)} j(r)\,dr = j_0\,\frac{N\cdot M\cdot\pi\cdot V_z^2\cdot m_0^2\cdot\lambda}{L\cdot h^4}\cdot\frac{P_g}{|g_0|^2}|V_g|^2$$

(M = Anzahl der Elementarzellen in einem Kristalliten).

Bei den hier abgeleiteten Formeln für die Ringintensitäten muß vorausgesetzt werden, daß interkristalline Interferenzen vernachlässigt werden können. Wie eine genaue, hier nicht mitgeteilte Rechnung zeigt, sind bei den normalerweise vorliegenden Experimentierbedingungen die von den einzelnen Kristalliten ausgehenden Streuwellen für

Streuwinkel oberhalb 10^{-2} rad praktisch inkohärent, so daß bei der Berechnung der Streuverteilung die Intensitäten dieser einzelnen Streuwellen zu addieren sind.

Werden nun die integralen Intensitäten J_{g_0} der Debye-Scherrer Ringe gemessen und die Werte

(33) $$\frac{J_{g_0} \cdot |g_0|^2}{p_g} = C \cdot |V_g|^2$$

(c ist unabhängig von g_0)

relativ zu einem Bezugsreflex (meist der 220-Ring) aufgetragen, so kann ein Vergleich mit den (relativen) Fourierkoeffizienten $|V_g|$ und damit eine Prüfung der kinematischen Streuformel durchgeführt werden. Dazu ist aber nötig, daß die polykristalline Folie insbesondere frei von einer Vorzugsorientierung (p_g !) der Kristallite ist.

Häufig werden bei Intensitätsmessungen nur die Spitzenhöhen $j^g_{max} = j(r_o)$ der Ringe über dem Untergrund gemessen und die Verhältnisse

(34) $$\frac{j^g_{max} \cdot |g_0|^2}{p_g} = C' \cdot f(0) \cdot |V_g|^2$$

gebildet. Diese werden mit den Verhältnissen der Größen $|V_g|^2$ verglichen. Bei dieser Methode können Diskrepanzen zwischen den theoretischen und den gemessenen Werten dadurch auftreten, daß die Größe f(0) (vgl. Formel 30 und 31) infolge der Form- und Größenverteilung der Kristallite ebenfalls von g_0 abhängt. Daher ist die Messung der Linienstromdichte J_{g_0}, welche eigentlich nur eine isotrope Richtungsverteilung aller in der Schicht vorhandenen Elementarzellen zur Voraussetzung hat, im allgemeinen vorzuziehen.

Interessant ist jetzt die Frage, unter welchen Bedingungen und von welcher Größe Abweichungen von der kinematischen Streuformel, die unter der Voraussetzung $|\Psi_s| \ll |\Psi_o|$ abgeleitet wurde, auftreten. Die Bornsche Näherung wurde von mehreren Forschern einer eingehenden Kritik unterzogen (siehe z.B. Mott, Distel, Möller und Henneberg[35-38]). Hengstenberg und Wolf[39] brachten das von Möller abgeleitete Kriterium für die Gültigkeit der Bornschen Approximation auf eine einfache Form: Für die Beschleunigungsspannung der Elektronen geben die Autoren eine Grenzspannung U_{grenz} an, unterhalb der die kinematische Formel für die Elektronenstreuung am Einzelatom keine gute Näherung mehr ist. Die Grenzspannung beträgt

(35) $$U_{grenz} = 50. \, z^2$$

d.h.bei Gold (Z = 79) 312 kV,bei Silber (Z = 47) 110 kV und bei Aluminium (Z = 13) 8,5 kV. Hieraus wird deutlich,daß im Bereich der üblichen Elektronenenergien von 20 bis 60 keV für die Elektronenstreuung am Einzelatom mittlerer und hoher Ordnungszahl keine gute Übereinstimmung der gemessenen mit den nach der kinematischen Theorie berechneten Streuintensitäten zu erwarten ist.

Wie sehen die Verhältnisse bei der Elektronenstreuung an Kristallen aus? Da die von den einzelnen Kristalliten einer polykristallinen Schicht ausgehenden Streuwellen im Gebiet der Interferenzwinkel ($|\vec{s}| > 1/a_o$; a_o = Gitterkonstante) sich inkohärent überlagern,so wird die Gültigkeitsgrenze der kinematischen Streuformel für das ganze Streuobjekt bestimmt sein durch die Gültigkeitsgrenze der kinematischen Streuformel für den einzelnen Kristalliten.Die von einem Kristalliten,der in der Durchstrahlungsrichtung die Ausdehnung D besitzt,in einen Reflex der Ordnung $\vec{s}_o$ strömende Intensität beträgt nach (22):

$$I_{\vec{s}_o} = j_o \cdot F \cdot \frac{4\pi^2 m_o^2}{h^4} \left[|V_{\vec{s}}| \cdot D \cdot \lambda \right]^2$$

Nach dieser Formel wird die Reflexintensität,welche auf die gesamte den Kristall treffende Primärstrahlintensität $I_o = j_o \cdot F$ bezogen ist

$$\frac{I_{\vec{s}_o}}{I_o} = \frac{4\pi^2 m_o^2 e_o^2}{h^4} \left[|\phi_{\vec{s}}| \cdot D \cdot \lambda \right]^2 = 4.37 \cdot 10^{-4} \left[|\phi_{\vec{s}}| \cdot D \cdot \lambda \right]^2 \qquad (36)$$

von der Größenordnung 1 ,wenn $\phi_{\vec{s}} \cdot D \cdot \lambda \approx 50$ VÅ^2 ist.In diesem Fall ergibt sich ein Selbstwiderspruch der kinematischen Streuformel, weil die Voraussetzung der Theorie ($|\Psi_s| \ll |\Psi_o|$) erheblich verletzt ist.Die kinematische Streuformel wird also umso mehr versagen,je größer der Wert des Parameters $|V_{\vec{s}}| \cdot D \cdot \lambda$ ist.Das bedeutet aber auch, daß die Korrektur der kinematischen Streuformel in erster Näherung nur von $\{ |V_{\vec{s}}| \cdot D \cdot \lambda \}$ abhängt.

Die Durchführung der dynamischen Theorie der Elektronenstreuung,in der die Wechselwirkung aller Wellenfelder innerhalb des Kristalliten erfaßt wird,ist bisher nicht in Strenge möglich,und man begnügt sich mit der Zwei- oder Dreistrahlnäherung,bei welcher nur die Wechselwirkung von zwei bzw. drei Wellenfeldern berücksichtigt wird.Der Mehrstrahlfall läßt sich anhand geometrischer Konstruktionen nur qualitativ übersehen[40].

Die klassische Zweistrahlnäherung der dynamischen Theorie ist

für das Modell einer unendlich ausgedehnten, planparallelen Kristallplatte der Dicke D durchgeführt, wobei die Grenzfälle senkrechter Inzidenz (Laue-Fall) und streifender Inzidenz (Bragg-Fall) des Primärstrahls behandelt werden. Dabei ergibt sich im Laue-Fall folgender Ausdruck für die Stromdichte der gestreuten Elektronen[41]:

$$j_g = j_0 A_g^2 \cdot \left[\frac{\sin A\sqrt{1+\beta^2}}{A\sqrt{1+\beta^2}} \right]_g^2 \qquad (37)$$

Die dimensionslosen Größen A_g und β_g sind folgendermaßen definiert:

$$A_g = \frac{2\pi \cdot m_0 \cdot |V_g| \cdot D \cdot \lambda}{\hbar^2 \cdot \gamma_g} \sqrt{\frac{\gamma_0}{\gamma_g}} \approx 2{,}09 \cdot 10^{-2} \left[\frac{1}{\sqrt{V\text{Å}^2}} \right] \cdot |\phi_g| \cdot D \cdot \lambda$$

$$\beta_g = \frac{\hbar^2 |g_0|}{2 \cdot m_0 \cdot |V_g| \cdot \lambda} \Theta_g \qquad (38)$$

Dabei sind γ_0 , γ_g die cos der Winkel, welche die Vektoren $\mathcal{K}_e$ bzw. $\mathcal{K}_s = \mathcal{K}_e + 2\pi \mathfrak{g}$ mit der Kristallnormalen bilden ($\gamma_0 \approx \gamma_g \approx 1$) und Θ_g ist die Abweichung des Einschußvektors $\mathcal{K}_e$ vom Kosselkegel $\mathfrak{g}_0$. Zwischen Θ_g und dem "Anregungsfehler ρ_g " (Entfernung der Ausbreitungsfläche vom Gitterpunkt $\mathfrak{g}_0$) besteht der Zusammenhang: $\rho_g = |g_0| \Theta_g$. Vergleichen wir die Formeln für die maximale Streuintensität ($\Theta_g = 0$) nach der kinematischen Theorie (22)

$$j_{kin}^{g} / j_0 = A_g^2$$

und der dynamischen Theorie (37)

$$j_{dyn}^{g} / j_0 = (\sin A_g)^2$$

für $A_g^2 = 0{,}1$, d.h. für den Fall, daß nach der kinematischen Theorie 10% der Primärstrahlintensität in die Beugungsordnung $\mathfrak{g}_0$ gestreut wird, so ergibt sich, daß die dynamische Korrektur der kinematischen Streuformel: ($j_{dyn}^{g} - j_{kin}^{g} / j_{kin}^{g}$) etwa 3,5% beträgt. Setzt man in die Beziehung: $A_g^2 = 4{,}37 \cdot 10^{-4} \cdot (\phi_g \cdot D \cdot \lambda)^2 = 0{,}1$ die Fourierpotentiale ϕ_{111} für Gold, Silber und Aluminium ein, so ergibt sich bei den Kristalldicken 9 Å (Gold), 14 Å (Silber) und 38 Å (Aluminium) diese Abweichung von 3,5% für 45 keV-Elektronen. Erst oberhalb der angegebenen Kristalldicken wird man ein merklich dynamisches Verhalten der Elektronenstreuung erwarten.

Die Erweiterung der Zweistrahlnäherung auf einen nur endlich ausgedehnten Kristall (im allgemeinen polyedrisch) wurde von Kato[42] durchgeführt. Dabei ergibt sich, daß bei der Durchstrahlung von be-

liebigen Kristalliten nur der Laue-Fall für die Berechnung maßgebend ist.Der Einfluß der endlichen Kristallausdehnung auf die Wellenfelder in und hinter dem Kristall wird näherungsweise dadurch erfaßt,daß auf der Vorder- und auf der Rückseite des (hinreichend ausgedehnten) Kristallkeils virtuelle Blenden angebracht werden und man die Modifizierung der Wellenfelder durch die Beugung an diesen Blenden untersucht.Jedoch sind die von Kato angegebenen Formeln für die Berechnung der Elektronenstreuverteilung hinter einer polykristallinen Schicht mit vorgegebener Form-und Größenverteilung der Kristallite praktisch nicht verwertbar.Man muß sich deshalb,wenn man die dynamische Korrektur der kinematischen Formel für die Intensitätsverteilung in einem Debye-Scherrer Diagramm berechnen will,mit einer groben Näherung begnügen.

Nach Blackman[43] geht man von der aus der Zweistrahlnäherung folgenden Formel (37) für die Reflexintensität hinter einem Kristalliten der Fläche F und der Dicke D aus:

$$I_g = j_0 \cdot F \cdot A_g^2 \left[\frac{\sin A\sqrt{1+\beta^2}}{A\sqrt{1+\beta^2}} \right]^2$$

Bei der Streuung von Elektronen in einer polykristallinen Folie werden N nach Richtung,Form,Größe und Lage in der Schicht statistisch verteilte Kristallite simultan bestrahlt und die Reflexintensitäten aller Kristallite in der Registrierebene addiert.Das entstehende Interferenzdiagramm kann man sich auch so entstanden denken,daß ein repräsentativer Kristallit (F,D) successiv in alle N vorkommenden Orientierungen gegenüber dem Primärstrahl (k_e) gedreht wird und gleichzeitig alle auftretenden Reflexintensitäten überlagert werden.Auf diese Weise erhält man für die Linienstromdichte des Ringes j_0 durch Integration über das Azimut φ und den Winkel Θ_g und anschließende Division durch $2\pi \cdot \lambda \cdot L \cdot |j_0|$(Ringumfang) den folgenden Ausdruck:

$$(39) \quad J_{j_0}^{dyn} = \frac{j_0 \cdot N \cdot F \cdot m_0 \cdot p_g \cdot |V_g|}{2\pi \cdot \hbar^2 |j_0|^2 \cdot L} \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\sin^2 A_g \sqrt{1+\beta_g^2}}{(1+\beta_g^2)} \, d\beta_g$$

Die Ausdehnung des Integrationsbereiches bis ins Unendliche ergibt keinen großen Fehler,wenn der Integrand sehr rasch mit wachsendem β_g verschwindet.Das ist dann der Fall,wenn der Intensitätsbereich ($\beta_g = 1$)nur eine sehr geringe Winkelausdehnung $\overline{\Theta}_g$ hat,d.h.es muß gelten:

$$(40) \quad \overline{\Theta}_g = \frac{2 \cdot m_0 \cdot |V_g| \cdot \lambda}{\hbar^2 |j_0|} \ll 1$$

Dies bedeutet auch für den Parameter A_f eine Einschränkung:

(41) $$A_f \ll \pi \cdot D \cdot |f_0|$$

Durch eine Integraltransformation mit Hilfe der Besselfunktion $J_0(2x)$ +)

(42) $$\pi \int_0^A J_0(2x)\,dx = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\sin^2(A\sqrt{1+\beta^2})}{(1+\beta^2)}\,d\beta$$

ergibt sich:

(43) $$J_{f_0}^{dyn} = \frac{j_0 \cdot N \cdot F \cdot D \cdot \pi \cdot m_0^2 \cdot \lambda}{\hbar^4 \cdot L} \cdot \frac{p_f \cdot |V_f|^2}{|f_0|^2} \cdot \frac{1}{A_f} \int_0^{A_f} J_0(2x)\,dx$$

Für sehr große Werte von A_f, wobei die Nebenbedingung (41) einzuhalten ist, erhält man unter Benutzung der Beziehung

(44) $$\lim_{A \to \infty} \int_0^A J_0(2x)\,dx = \frac{1}{2}$$

folgenden Ausdruck:

(45) $$J_{f_0}^{dyn} = \frac{j_0 \cdot N \cdot F \cdot m_0 \cdot p_f \cdot |V_f|}{4\hbar^2 \cdot |f_0|^2 \cdot L} \qquad A_f \gg 1$$

Bei extrem dynamischen Verhalten wird also die Linienstromdichte unabhängig von der Kristallitgröße und proportional zu $|V_f|$.
Für sehr kleine Werte von A_f folgt aus (43) wegen $J_0(0) = 1$:

(46) $$J_{f_0}^{dyn} = \frac{j_0 \cdot N \cdot M \cdot \pi \cdot V_z \cdot m_0^2 \cdot \lambda}{\hbar^4 \cdot L} \cdot \frac{p_f \cdot |V_f|^2}{|f_0|^2} \qquad A_f \ll 1$$

($M.V_z = F.D$). Dieses ist genau die kinematische Formel (32) für die Ringintensitäten. Hieraus ergibt sich eine gewisse Rechtfertigung für die Behandlung des vorliegenden Problems nach dem Zweistrahlfall der dynamischen Theorie; zumindest liefert nämlich der Grenzfall $A_f \to 0$ genau die kinematische Streuformel, wie es jede exaktere Lösung des Streuproblems auch tun müßte. Daher wird man erwarten können, daß in dieser Näherung auch die dynamische Korrektur der kinematischen Streuformel einigermaßen zutreffend wiedergegeben wird. Das Verhältnis

(47) $$J_{f_0}^{dyn} / J_{f_0}^{kin} = D(A_f) = \frac{1}{A_f} \int_0^{A_f} J_0(2x)\,dx$$

drückt die dynamische Korrektur der kinematischen Formel für die

---

+) In der Arbeit von Blackman[43] steht auf der linken Seite statt des Faktors π irrtümlich ein Faktor 2.

Intensitäten der Debye-Scherrer-Ringe als Funktion des Parameters $A_f = 2{,}09 \cdot 10^{-2}\ (|\phi_f| \cdot D \cdot \lambda)$ aus. Die Funktion D(A) wurde durch numerische Integration bestimmt und ist in Fig.14 dargestellt.

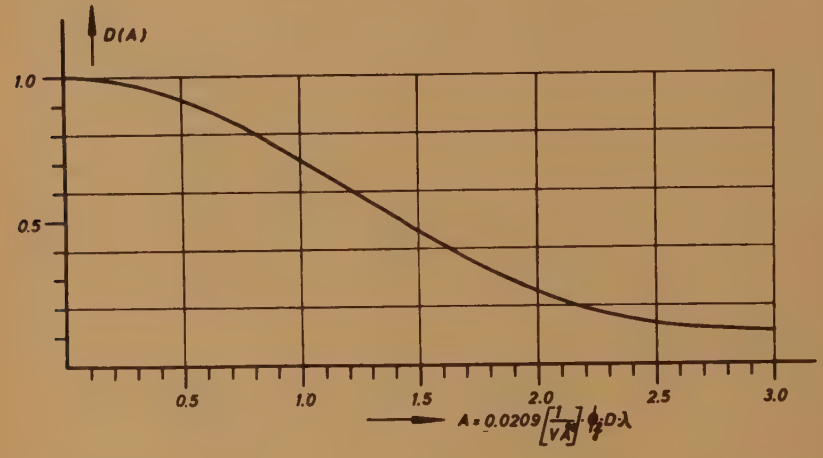


Fig.14. Verlauf der Funktion D(A).

Der Wert $A_f = 1$, d.h. $(|\phi_f| \cdot D \cdot \lambda) = 50$ VÅ^2 entspricht etwa folgenden Verhältnissen: $|\phi_f| \approx 10$ V; $\lambda \approx 0{,}05$ Å (≈ 50 kV); $D \approx 100$ Å. Unter diesen Bedingungen ist die Abweichung von der kinematischen Streuformel schon recht beträchtlich (29%). (vgl. auch Seite 42).

Da der Parameter A_f streng genommen von γ_o und γ_f abhängt (wir haben oben $\gamma_o, \gamma_f \approx 1$ gesetzt) und bei der Drehung des Kristalliten gegenüber R_e die Größen γ_o, γ_f variiert werden, hat Blackman eine Mittelbildung über γ_o, γ_f durchgeführt. Die so berechnete Funktion $\overline{D(A)}$ weicht aber nicht wesentlich von D(A) ab. Es ist jedoch zu bedenken, daß die Berücksichtigung der Form- und Größenverteilung der Kristallite eine noch viel weitergehende Rechnung erfordern würde. Wir wollen uns deshalb im folgenden mit der einfachen dynamischen Korrektur D(A) begnügen.

Aus der Bestimmungsgleichung (25) für die Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials geht hervor, daß die zu den hohen Ordnungen $|f_o|$ gehörigen Werte $|v_f|$ der Ordnungszahl Z proportional sind.

($|f_R| \ll Z$).Die niedrig indizierten Fourierkoeffizienten haben keine so eindeutige Z-Abhängigkeit.Unter Zugrundelegung des Thomas-Fermi-Modells für die Kristallatome ergibt sich eine Abhängigkeit von der Art $|V_g| \sim Z^{1/3}$.Genauere Rechnungen zeigen,daß zwar im allgemeinen die niedrig indizierten Fourierkoeffizienten mit der Ordnungszahl anwachsen.Jedoch kann die Abhängigkeit von Z innerhalb einer Periode des Periodischen Systems sogar rückläufig sein,d.h. $|V_g|$ nimmt mit wachsender Ordnungszahl Z ab[44].

Das Ziel der vorliegenden Dissertation war es,nach dem Aufbau der im ersten Teil beschriebenen Gegenfeldanlage zur Messung von Energie- und Winkelverteilungen gestreuter Elektronen die kinematische Streuformel für den Energiebereich 20 bis 50 keV durch Intensitätsmessungen in Debye-Scherrer Diagrammen zu prüfen.Als Untersuchungssubstanz wurde Aluminium gewählt,in der Erwartung,daß wegen der mit der kleinen Ordnungszahl (Z = 13) verbundenen kleinen Werte $|V_g|$ die kinematische Streuformel noch für normale Kristallitdicken ($\approx$ 50 Å) gültig sein wird.Durch Variation des Parameters A_g = const. $|V_g|.D.\lambda$ können dann die dynamischen Korrekturen der gemessenen Reflexintensitäten erfaßt werden.Dadurch ist es möglich,die Gültigkeitsgrenzen der kinematischen Streuformel zu bestimmen.

Mit ϕ_{111} = 6,08 V und ϕ_{511} = 0,91 V für Aluminium durchläuft der Parameter A im Energiebereich von 20 -50 keV (λ = $8{,}6.10^{-2}$ - $5{,}4.10^{-2}$ Å) die Werte von etwa [const.0,05.D] bis [const.0,5.D],d.h. es ist A^g_{max} / A^g_{min} = 10 bei fester Kristallitgröße.Eine Variation von A_g über einen noch größeren Bereich ist demnach nur durch eine zusätzliche Änderung der Kristallitgröße möglich.

Bevor diese Experimente und die gewonnenen Ergebnisse eingehend besprochen werden,soll im folgenden Abschnitt zunächst ein Überblick über die bisher durchgeführten Intensitätsmessungen gegeben werden.

2.3.Übersicht über bisher durchgeführte Intensitätsmessungen

Nach der theoretischen Behandlung der Streuung mittelschneller Elektronen[45,46,35] wurde eine große Zahl von Elektronen-Streuexperimenten mit dem Ziel durchgeführt,die kinematische Streuformel zu prüfen.Aus Gründen,die im vorangehenden Abschnitt besprochen worden sind,wurden bei fast allen Untersuchungen polykristalline Folien als Streukörper verwendet.Alle Messungen sind Relativmessun-

gen,d.h.die aus den gemessenen Intensitäten unter Zugrundelegung der kinematischen Streuformel bestimmten Werte $|V_g|^2$ werden mit dem theoretisch berechneten Atomformfaktor für Elektronen verglichen, indem der gemessenene und der theoretische Wert $|V_{220}|^2$ einander gleichgesetzt werden.

G.P.Thomson[1] führte als erster eine Bestimmung des Atomformfaktors für Gold mit 30 - 50 keV-Elektronen durch.Er untersuchte durch Kathodenzerstäubung hergestellte, polykristalline Goldschichten.Angaben über die Kristallitgröße fehlen in der Arbeit.Die angegebenen Werte für die Schichtdicke ($\approx$ 100 Å) sind sehr unsicher.Die Meßergebnisse sind in Übereinstimmung mit den Aussagen der kinematischen Theorie.

Die Untersuchungen von Mark und Wierl[2] an polykristallinen Al-, Ag- und Au-Schichten ergaben im Rahmen der von ihnen für photographische Intensitätsmessungen angegebenen Meßgenauigkeit von 5-8% eine Bestätigung der kinematischen Streuformel für Elektronen im Energiebereich von 30 - 50 keV. Sie untersuchten freitragende Schichten (Aufdampfen auf poliertes KCl,Ablösen der Schicht in Wasser),deren Dicke zwar nicht angegeben ist,aber sicher oberhalb von 150-200 Å lag.Über die Kristallitgrößen sind in der Arbeit keine Angaben gemacht,ebenso fehlt eine Diskussion des Textureinflusses auf das Meßergebnis.Eine Abhängigkeit von der Elektronenenergie wurde offenbar nicht festgestellt.

Shirai[47] berichtet über eine Bestimmung der Atomformfaktoren für K und Cl durch Untersuchungen des Streudiagramms polykristalliner KCl-Schichten.Dabei wurden geringe Abweichungen von der kinematischen Streuformel beobachtet.Im Bereich von 44 bis 66 kV konnte keine systematische Spannungsabhängigkeit gefunden werden.

Zu einem wesentlich anderen Ergebnis kamen Yearian und Howe[48] bei ihren Intensitätsmessungen in Ag- und Au-Streudiagrammen.Die Autoren finden eine ausgeprägte Abhängigkeit der relativen Streuintensitäten von der Elektronenenergie im Bereich von 13 - 85 keV. Bei 85 keV stimmen die gemessenen und die nach der kinematischen Theorie berechneten Intensitäten praktisch überein.Nur bei Gold zeigten sich sehr geringe Abweichungen.Jedoch bei 13 keV ergaben sich zwischen den experimentellen und den theoretischen Werten erhebliche Diskrepanzen.Nach Meinung der Autoren sollte bei Elektronenenergien oberhalb der K-Absorptionskante des betreffenden Mate-

rials (Ag: 25 keV, Au: 80,5 keV) die Anwendung der kinematischen Theorie für die Streuung am Einzelatom berechtigt sein.

Erhebliche Diskrepanzen zwischen den gemessenen und den nach der kinematischen Theorie berechneten Streuintensitäten fanden auch Ornstein, Brinkman, Hauer und Tol[49-51]. Sie führten photographische Intensitätsmessungen von gestreuten Elektronen im Energiebereich von 24-40 keV durch. Die Dicken der freitragenden, polykristallinen Schichten aus Cu, Ag und Au lagen zwischen 200 und 500 Å. Über die Größe der Kristallite sind keine Angaben gemacht. Aus den Höhen der Ringmaxima über dem kontinuierlichen Untergrund wurden die relativen Werte $|V_g|^2$ ermittelt. Es zeigte sich, daß die Intensitäten (und damit auch die gemessenen Strukturfaktoren) des (111) - und des (200) - Ringes erheblich geringer sind als die, welche man nach der kinematischen Theorie erwarten würde. Die Diskrepanzen zwischen den theoretischen und den experimentellen Werten nehmen nach Tol mit wachsender Schichtdicke und mit höherem Alter der Folie (1 bis 40 Tage nach der Präparation) zu. Der letztere Befund, welcher vom Autor nicht erklärt wird, könnte auf einen Kristallisationseffekt zurückgeführt werden, bei welchem die Größe der Kristallite in der Folie zeitlich zunimmt. Dann würden nämlich die Abweichungen von der kinematischen Streuformel ($\sim |V_g|.D.\lambda$) mit zunehmendem Alter der Folie anwachsen.

Eine systematische Spannungsabhängigkeit wurde von Tol nicht beobachtet. Tol interpretiert die bei seinen Untersuchungen gefundenen Diskrepanzen in dem Sinne, daß der Gültigkeitsbereich der kinematischen Theorie bei Schichtdicken oberhalb von 200 Å und bei Elektronenenergien von 30-40 keV schon weit überschritten sei.

Ob diese von Tol gefundenen Diskrepanzen durch eine Textur der Schichten bedingt sein könnten, prüfte van Zanten[34] in einer Untersuchung an Goldschichten gestreuter Elektronen (45 keV). Auch er fand starke Abweichungen von der kinematischen Streuformel in demselben Sinne und kam zu dem Schluß, daß die Ergebnisse von Tol et.al. nur zu einem geringen Teil durch eine Textur der Folien verfälscht sein können.

Abweichungen von der kinematischen Streuformel fanden auch van Friesen und Lennander[52] bei ihrer Untersuchung der Streuung von 20 keV-Elektronen an polykristallinen Aluminiumschichten.

Die von Tol et al. gefundene, starke Abhängigkeit der relati-

ven Ringintensitäten von der Schichtdicke im Bereich 200-500 Å wurde von Sjenitzer[53] weiter untersucht. Da er annahm, daß bei kleineren Schichtdicken die kinematische Theorie verifiziert werden könnte, untersuchte Sjenitzer die Streuung von 30 keV-Elektronen an 5 - 300 Å dicken, auf Nitrocellulose-Unterlagen von etwa 1000 Å Dicke aufgedampften Metallschichten aus Cu, Ag und Au. Dabei ergab sich eine starke Abhängigkeit der gemessenen Strukturfaktoren von der Schichtdicke. Die für Gold bei Schichtdicken oberhalb von 100 Å gemessenen Strukturfaktoren mit niedrigen Indizes (111, 200) sind, in Übereinstimmung mit Tol, erheblich kleiner, bei Schichtdicken unterhalb 100 Å größer als die theoretischen Werte. Bei einer Schichtdicke von 25 Å sind die Unterschiede sogar recht beträchtlich (etwa 300% für $|V_{111}|$ und 150% für $|V_{200}|$, wenn bei $|V_{220}|$ angepaßt wird). Bei den anderen Metallen ergibt sich ein qualitativ ähnliches Verhalten. Hieraus zieht Sjenitzer den Schluß, daß für alle hier untersuchten Metalle für Schichtdicken oberhalb von etwa 100 Å die kinematische Theorie nicht mehr anwendbar ist. Die bei dünneren Schichten beobachteten Intensitätsanomalien sollen mit der geringen Ausdehnung der Kristallite zusammenhängen, bei denen die Anzahl der Elementarzellen so gering ist, daß die kinematische Formel für die Intensitäten der Debye-Scherrer-Ringe nicht mehr angewendet werden kann. (Bei der Ableitung der Formel muß vorausgesetzt werden, daß die Kristallite nicht zu klein sind, etwa $D > 6.a_o$). Hierauf haben auch schon Germer und White[54-56] bei der Diskussion der von ihnen beobachteten Intensitätsanomalien in Cu-Streudiagrammen hingewiesen. (vgl. auch unsere Messungen, Abschnitt 2.5.3.).

Leonhard[57] führte photographische und elektrometrische Intensitätsmessungen durch. Als Streukörper verwendete er dünne, polykristalline Goldschichten, welche auf Kollodiumunterlagen aufgedampft waren. Auch Leonhard fand keine Übereinstimmung der gemessenen mit den kinematisch berechneten Werten. Jedoch sind die Abweichungen nicht so groß wie die von Tol gefundenen. Aus den veröffentlichten Meßkurven läßt sich für den Bereich von 30 bis 50 keV keine eindeutige Spannungsabhängigkeit der gemessenen Atomformfaktoren entnehmen. Die elektrometrisch gemessenen Atomformfaktoren verlaufen etwas steiler als die photographisch bestimmten. Dieser Befund ist auf die Temperaturerhöhung des Objektes infolge der für

die elektrometrische Messung notwendigen,höheren Stromdichte zurückzuführen.

Mit dem von ihm verbesserten Möllenstedtschen Analysator führte Leonhard durch Analyse des gefilterten Interferenzdiagramms ebenfalls eine Bestimmung des Atomformfaktors für Gold durch[13]. Abgesehen davon,daß die Unsicherheit bei der Abtrennung der Interferenzmaxima vom kontinuierlichen Untergrund auch bei der Messung im gefilterten Streudiagramms wegen des verbleibenden elastischen,diffusen Untergrundes besteht,ergeben sich dieselben Abweichungen der gemessenen von den theoretischen Werten für die Strukturfaktoren. Die Abhängigkeit von der Elektronenenergie wurde nicht untersucht. In beiden Arbeiten von Leonhard finden sich keine Angaben über Schichtdicke und Kristallitgröße.Ferner fehlt eine Diskussion des Textureinflusses auf die Meßergebnisse.

Yamzin und Pinsker[58,59] bestimmten durch photographische Intensitätsmessungen die Strukturfaktoren für Al, Cu, Ag, Au und ferner für Mg, Sn, Zn. Die Metalle Al, Cu, Ag, Au wurden als freitragende Schichten von etwa 100 bis 400 Å bei den Elektronenenergien 45 keV (Al), 52,5 keV (Cu), 53 keV (Ag) und 42 keV (Au) untersucht. Die Kristallitgrößen lagen bei den verschiedenen Metallen innerhalb der folgenden Bereiche

Al: 120 - 160 Å Cu: 45 - 50 Å Ag: 40 - 75 Å Au: 40 - 45 Å

Die Elektronenenergie wurde bei den Messungen der an den Schichten eines bestimmten Metalls gestreuten Elektronen nicht variiert.

Die Ergebnisse dieser Messungen sind insofern bemerkenswert, als sich für alle untersuchten Substanzen im Bereich der Schichtdicken von 100 bis 400 Å im Gegensatz zu den experimentellen Befunden von Tol und Sjenitzer keine ausgeprägte Abhängigkeit der Intensitätsverhältnisse von der Schichtdicke zeigt.Die gemessenen, relativen Strukturfaktoren $|V_3|^2 / |V_{220}|^2$ stimmen im Rahmen der Meßgenauigkeit sehr gut mit den theoretischen überein,wobei allerdings die letzteren nicht mit dem Debye-Faktor (27) versehen sind. Nur für Gold ergaben sich geringe Abweichungen bei den niedrig indizierten Ordnungen f_0 .

Alle Folien wurden auf ihre Texturfreiheit geprüft.Die Meßgenauigkeit wird mit 6-8% für die intensiven,mit etwa 25% für die sehr schwachen Reflexe angegeben.

Von Yamzin sind zwar die Kristallitgrößen gemessen worden,aber

die Abhängigkeit der Ringintensitäten von der Kristallitgröße wurde nicht explizit untersucht. Aus den Meßergebnissen zieht Yamzin den Schluß, daß in dem Energiebereich von 40 bis 50 keV für Schichtdicken bis zu 500 Å bei mittelschweren Elementen die kinematische Theorie gültig ist.

Eine sehr sorgfältige Bestimmung des Atomformfaktors durch Streuintensitätsmessungen mit einem Zählrohr hat Lennander[3] durchgeführt. Er untersuchte freitragende Schichten aus Al, Ag, Au (polykristallin) mit dem Ziel, die von Tol und Sjenitzer gefundene Abhängigkeit der Ringintensitäten von der Schichtdicke nachzuprüfen. Die Strukturfaktoren konnten von Lennander mit einer Genauigkeit von ± 4% gemessen werden. Es wurden nur Folien mit sehr geringer Vorzugsorientierung verwendet und die verbleibende Textur dieser Schichten wurde bei der Auswertung berücksichtigt. Die Metalle wurden unter folgenden Bedingungen untersucht:

	Schichtdicke	Elektronenenergie	Kristallitgröße
Aluminium:	140 - 410 Å	27,0 keV	100 - 120 Å
Silber:	75 - 250 Å	29,5 keV	55 - 75 Å
Gold:	90 - 225 Å	30,0 keV	45 - 60 Å

An einer 110 Å dicken Goldfolie (Kristallitgröße etwa 60 Å) wurde zwischen 18 und 30 keV eine geringe Spannungsabhängigkeit der Intensitätsverhältnisse beobachtet. Eine systematische Abhängigkeit von der Foliendicke konnte Lennander nicht feststellen, was mit den Ergebnissen von Yamzin und Pinsker übereinstimmt und den experimentellen Befunden von Tol und Sjenitzer widerspricht. Im Gegensatz zu Yamzin und Pinsker findet Lennander jedoch, daß die gemessenen Strukturfaktoren starke Abweichungen von den theoretischen Strukturfaktoren zeigen. Am ausgeprägtesten sind die Abweichungen bei Gold. Lennander kommt zu dem Ergebnis, daß für Silber und Gold die Streuung am Einzelatom schon nicht mehr kinematisch ist, entsprechend dem im Abschnitt 2.2. besprochenen Kriterium (35) $U_{grenz} = 50.Z^2$. Daher ist natürlich auch bei den Streumessungen an den Folien mit den relativ kleinen Kristalliten von etwa 50 Å keine Übereinstimmung mit der kinematischen Theorie zu erwarten. Beim Aluminium ist zwar die Elektronenenergie für eine kinematische Streuung am Einzelatom ausreichend ($U_{grenz} = 8,5$ kV), jedoch sind

die Kristallite der untersuchten Folien schon so groß,daß dadurch die beobachteten Abweichungen der gemessenen von den theoretischen Strukturfaktoren für Al bedingt sein können.Wie in allen bisher genannten Arbeiten wurde auch in dieser Arbeit die Kristallitgröße als entscheidender Parameter nicht variiert.

Kuwabara[60] untersuchte als erster explizit die Abhängigkeit der Streuintensitäten von der Kristallitgröße verschiedener,polykristalliner Folien (Al,Ag,Au,NaCl,KCl und MgO).Von jeder Substanz wurden durch Variation der Aufdampfbedingungen Folien mit annähernd gleicher Schichtdicke aber unterschiedlicher Kristallitgröße hergestellt.Die genannte Abhängigkeit wurde für Gold und Silber etwa zwischen 30 und 50 Å,für Aluminium im Bereich 100 - 150 Å untersucht.Die von Kuwabara gefundenen Abweichungen der gemessenen von den nach der kinematischen Theorie berechneten Intensitätsverhältnisse stimmten annähernd mit der von Blackman angegebenen dynamischen Korrektur der kinematischen Streuformel überein (vgl.Abschnitt 2.2.).Die Abhängigkeit der Intensitätsverhältnisse von der Energie der Elektronen wurde nicht untersucht.In der Arbeit von Kuwabara fehlt die Angabe,welcher Texturgrad bei den verwendeten Folien noch zugelassen wurde.

Wie aus dieser ausführlichen Zusammenstellung der bisher durchgeführten Intensitätsmessungen zur Prüfung der kinematischen Streuformel hervorgeht,wurde in keiner der Arbeiten,mit Ausnahme der zuletzt zitierten,die Abhängigkeit der gemessenen Intensitätsverhältnisse von dem allein entscheidenden Parameter ($|v_g|.D.\lambda$) explizit untersucht (vgl.Abschnitt 2.2.).

Die bisher gefundenen,sehr widerspruchsvollen Ergebnisse bei der Messung der Schichtdickenabhängigkeit sind wahrscheinlich in den (meist nicht gemessenen) Variationen der mittleren Kristallitgröße von Schicht zu Schicht begründet.

In Anbetracht der Tatsache,daß es also bisher noch nicht gelungen ist,experimentell die Gültigkeitsgrenze der kinematischen Streuformel eindeutig festzustellen,schien es lohnend,diese Untersuchungen erneut aufzunehmen.

2.4.Herstellung der polykristallinen Aluminium-Folien

Bei genauen Intensitätsmessungen müssen hohe Anforderungen an den Streukörper gestellt werden: Die Folie muß hinreichend frei von Verunreinigungen sein,und sie darf während der Untersuchungen weder ihre Struktur ändern noch sich mit Fremdschichten beladen.Die polykristallinen Folien dürfen keine Textur zeigen.

Aus den im Abschnitt 2.2. dargelegten Gründen wurden Aluminiumschichten als Streukörper gewählt und diese wegen der übersichtlicheren theoretischen Verhältnisse in Durchstrahlung untersucht (siehe 2.5.).

Bei den bisher durchgeführten Atomformfaktormeasungen wurden bis auf wenige Ausnahmen (siehe Abschnitt 2.3.) kubisch-flächenzentrierte Metalle als Streusubstanzen verwendet.Die zu untersuchenden Schichten wurden durch Aufdampfen der Metalle hergestellt und teils freitragend,teils zusammen mit einer Trägerfolie in Durchstrahlung untersucht.

Zur Herstellung der Folie durch Aufdampfen kann man zwei Wege einschlagen:

1) Die zu untersuchende Substanz wird innerhalb der Interferenzapparatur auf eine vorher präparierte Unterlage aus Kohlenstoff,Collodium u.ä. aufgedampft.
2) Die Untersuchungssubstanz wird auf eine Unterlage aufgedampft,die man später mit geeigneten Mitteln wieder auflösen kann.

Das erste Herstellungsverfahren hat den Vorteil,daß die Streusubstanz bis zu den dünnsten Schichtdicken untersucht werden kann. Ferner ist es möglich,die Elektronen-Streuverteilung während des Aufdampfens oder sehr kurze Zeit nach der Präparation zu untersuchen.Weiterhin vermeidet man bei dieser Präparationstechnik,daß die zu untersuchende Substanz mit der Luft und irgendwelchen Lösungsmitteln in Berührung kommt.Der große Nachteil des Verfahrens liegt darin,daß dem Elektronen-Streudiagramm der Untersuchungssubstanz stets der kontinuierliche Untergrund der Trägerfolie überlagert ist,was die Auswertung der gemessenen Intensitätsverteilungen erschwert.

Das zweite Herstellungsverfahren bietet den Vorzug,daß die Folie freitragend untersucht werden kann.Das Streudiagramm ist also frei von der Streuverteilung der Trägerschicht.Dafür nimmt man

als Nachteil in Kauf,daß das Streupräparat der Luft und dem Lösungsmittel für die Unterlage ausgesetzt wird,was zu einer Verschmutzung oder chemischen Veränderung des Präparates führen kann +).Ferner wird die Folie beim Ablösevorgang und beim Auffangen auf ein Trägernetz mechanisch beansprucht.Weiterhin ist die Zeit zwischen der Folienherstellung und der Registrierung der Elektronen-Streuverteilung verhältnismäßig lang.Das Herstellungsverfahren ist nur auf Folien mit Schichtdicken von mindestens 100 Å anwendbar.

Metallschichten,die bei Zimmertemperatur auf amorphe oder kristalline Unterlagen aufgedampft worden sind,zeigen gewöhnlich eine ausgeprägte Textur.Um für seine Atomformfaktormessungen Folien mit hinreichend geringer Textur zu erhalten,hat Lennander[3] Schichten aus Al, Ag, und Au folgendermaßen hergestellt:Die Metalle wurden aus Wolfram-Schiffchen verdampft und auf mit flüssiger Luft gekühlten,amorphen Unterlagen aus Zaponlack kondensiert.Nach dem Auflösen der Unterlage zeigten die so hergestellten Ag- und Au- Schichten praktisch keine Vorzugsorientierung.Die Kristallite hatten eine Ausdehnung von 40 bis 70 Å. Dagegen erwiesen sich die Al-Schichten,deren Kristallite wesentlich größer waren (100 - 120 Å),als nicht texturfrei.Abgesehen von diesem Befund bei Aluminium kann man also sagen,daß durch starke Kühlung der Unterlage die Textur erheblich reduziert werden kann.Da eine solche Aufdampfvorrichtung innerhalb unserer Gegenfeldapparatur sehr schwierig anzubringen war,wurde für die Präparation der Aluminiumschichten das zweite der oben diskutierten Verfahren gewählt.Es erschien auch deshalb zweckmäßig,die Folien freitragend zu untersuchen,damit der allein von der Metallfolie herrührende elastische Untergrund (siehe Abschnitt 2.5.1.) nicht durch den von einer Trägerfolie herrührenden Untergrund verdeckt wird.

Bei der Präparation der Aluminiumschichten haben wir zunächst folgenden Weg eingeschlagen: Als Unterlage dient eine polykristalline polierte KBr-Fläche.Nach Raether[62] wird beim Polieren des KBr-Kristalls die Oberfläche in viele,regellos liegende,kleine Kri-

---

+) Nach Reflexionsuntersuchungen an Silber-Abdruckfilmen von Steinsalzoberflächen[61] ist die Bedeckung der Folie mit einer Fremdschicht beim Ablösevorgang allerdings nicht sehr merklich. (Man beachte die kontrastreichen Interferenzbilder auf Seite 319 der genannten Veröffentlichung von H.Raether).

stallite (≈50 Å) aufgebrochen.Das Pulverdiagramm der polierten KBr-Fläche zeigt praktisch keine Faserstruktur.

Der KBr-Kristall wird auf die Temperatur der flüssigen Luft abgekühlt und das Aluminium aus W-Spiralen auf die polierte KBr-Fläche aufgedampft.Trotz dieser günstigen Bedingungen für die Herstellung einer polykristallinen Aufdampfschicht zeigen die abgelösten Al-Schichten noch eine merkliche Vorzugsorientierung.Gleichzeitig sind die Kristallite verhältnismäßig groß (≈ 100 Å).Dieses Ergebnis steht also im Einklang mit dem experimentellen Befund von Lennander (s.o.). Das Ergebnis ändert sich aber schlagartig,wenn das Aluminium nicht von W-Spiralen sonder aus Al_2O_3 - Tiegeln verdampft wird.Die Aluminiumschichten sind praktisch texturfrei und die Kristallitgröße beträgt etwa 30 Å.Offenbar werden bei der Verdampfung aus W-Öfen Keime mitverdampft, welche die Ausbildung einer Textur und die Entstehung großer Kristallite begünstigen.

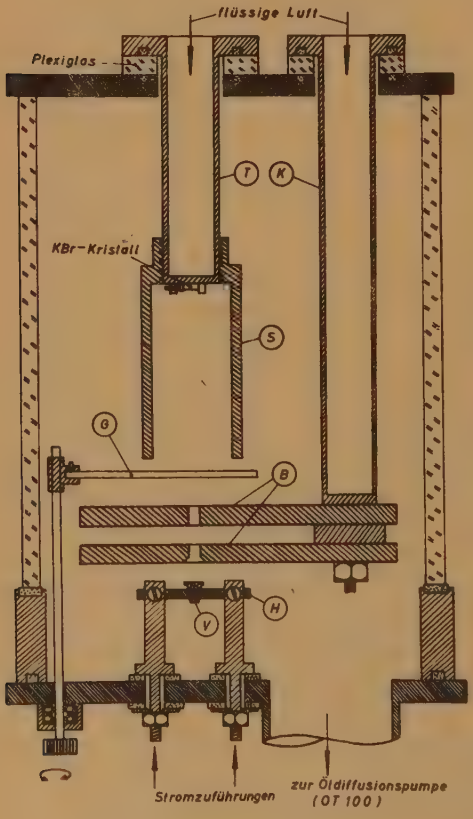


Fig.15.Die Aufdampfanlage

Fig.15 zeigt einen Schnitt durch die Aufdampfanlage. Der Al_2O_3-Tiegel (V) (Fa. Degussa), aus welchem das Aluminium verdampft wird, ist zwischen zwei Tantalbänder (H) vom Querschnitt 0,1.5 mm^2 eingeklemmt.Auf der Unterseite eines zylindrischen Topfes (T),der mit flüssiger Luft gefüllt ist,wird der einseitig polierte KBr-Kristall durch zwei Klemmbacken gehaltert, wodurch ein guter Wärmekontakt mit dem Kühlzylinder

gewährleistet ist.Der KBr-Kristall besitzt eine Dicke von 3-4 mm und eine Fläche von 7x7 mm^2.Durch den großen Abstand von 225 mm zwischen dem Verdampfungstiegel und dem Kristall wird die Strahlungsaufheizung des Kristalls erheblich reduziert.Wenn man annimmt, daß der Wärmeübergang zwischen der Kristallrückseite und dem Kühlzylinder ideal ist,und wenn man ferner die ungünstige Voraussetzung macht,daß die gesamte,zugestrahlte Leistung von maximal $3,5.10^{-2}$ W/cm^2 in einer sehr dünnen Oberflächenschicht des Kristalls vollständig absorbiert wird,so ergibt sich eine Temperaturerhöhung der Kristalloberfläche gegenüber dem Kühlzylinder von nur wenigen Grad.

Um zu verhindern,daß die von den erhitzten Teilen des Verdampfers (Tantalbänder,Stromzuführungen) und den Glaswänden des Rezipienten abdampfenden Moleküle auf der gekühlten Kristalloberfläche kondensieren,wurden Blenden eingebaut,die ebenfalls mit flüssiger Luft gekühlt sind.Über dem Al_2O_3-Tiegel befindet sich eine metallische Doppelblende (B) und auf den Kühlzylinder,der den Kristall trägt,ist ein Messingrohr (S) geschraubt.Die Doppelblende (B) wird durch einen zweiten Kühlzylinder (K) ständig auf der Temperatur der flüssigen Luft gehalten.Vom Kristall aus werden somit außer dem Verdampfungstiegel nur mit flüssiger Luft gekühlte Flächen gesehen,an welchen die auftreffenden Moleküle mit sehr großer Wahrscheinlichkeit adsorbiert werden.

Der Druck im Rezipienten beträgt während des etwa 30 - 300 sec dauernden Aufdampfprozesses weniger als 2.10^{-6} Torr.Nach einem Leerversuch (Al_2O_3-Tiegel ohne Verdampfungsgut) über 1 Stunde, währenddessen der Tiegel wesentlich stärker als unter Betriebsbedingungen aufgeheizt wurde,konnte optisch keine Veränderung der Kristalloberfläche beobachtet werden.

Bei einem Heizstrom von 80 A wird der Tiegel auf etwa 1400 - 1500°C erhitzt +).Um zu verhindern,daß die zu Beginn des Aufdampfprozesses aus dem Tiegel verdampfenden Fremdatome auf den Kristall gelangen,wird zunächst durch eine in den Atomstrahl schwenkbare Glasplatte (G) der Kristall abgeschattet.Nach einigen Minuten wird der Kristall zur Bedampfung freigegeben.Die Aufdampfgeschwindigkeit beträgt einige Å/sec.Am Schluß des Aufdampfprozesses wird die

---

+) Diese Temperatur wurde aus der Verdampfungsgeschwindigkeit des Aluminiums ermittelt[63].

Glasplatte wieder in den Dampfstrahl geschwenkt.

Die Erwärmung der Kühlvorrichtungen erfolgt wegen der großen Wärmekapazitäten nur sehr langsam. Zunächst wird der Kühlzylinder (T), der den bedampften KBr-Kristall trägt, in etwa 2-3 Stunden bis auf Zimmertemperatur aufgewärmt und während dieser Zeit der zweite Kühlzylinder (K) mit der Doppelblende durch ständiges Nachfüllen von flüssiger Luft auf tiefer Temperatur gehalten. Erst anschließend läßt man die Temperatur dieses Kühlzylinders in weiteren 2 Stunden bis zur Zimmertemperatur ansteigen.

Durch Eintauchen des KBr-Kristalls in aqua dest. wird die Aluminium-Folie abgelöst und auf ein größeres Stück Lektromesh aufgefangen. Die Zeit vom Herausnehmen des KBr-Kristalls aus der Aufdampfanlage bis zum Einsetzen der Aluminium-Folie in die Interferenzapparatur beträgt etwa 20-30 min. Es wird daher die Al-Folie mit einer Oxydschicht bedeckt sein.

2.5. Messungen und Ergebnisse

2.5.1. Allgemeines

Die Intensitätsverteilung in den Aluminium-Debye-Scherrer Diagrammen wurde mit der im ersten Teil der vorliegenden Dissertation beschriebenen Gegenfeldanordnung gemessen, wobei als Meßblende (MB in Fig.2.) ein Spalt mit dem Querschnitt 0,4x4 mm^2 verwendet wurde. Das Winkelauflösungsvermögen beträgt dann etwa 5.10^{-4} rad. Wegen der hohen, erforderlichen Stromdichte (maximal 10^{-3} A/cm^2) liegt die spektrale Breite des Primärstrahls und damit das praktisch erreichbare Energieauflösungsvermögen bei 1,5 eV (siehe Abschnitt 1.3.2.). Über die mit der starken Objektbelastung und der verhältnismäßig langen Meßzeit verknüpften Schwierigkeiten (Objektveränderung, Primärstrahlinkonstanz) ist schon berichtet worden.

Die Debye-Scherrer Diagramme wurden bei Gegenspannungen ΔU_g = 2,5 V und ΔU_g = 250 V registriert. Die mit ΔU_g = 250 V gefilterte Streuverteilung ist praktisch identisch mit der ungefilterten ($\Delta U_g = U_o$), da Energieverluste oberhalb von 250 eV bei den vorkommenden Foliendicken nur mit sehr geringer Wahrscheinlichkeit auftreten. Da wegen der Energiebreite des Primärstrahls von 1,5 eV eine genaue Analyse der Energieverluste der gestreuten Elektronen im Bereich ΔE = 0 bis etwa ΔE = 2,5 eV nicht möglich ist, wird die mit ΔU_g = 2,5 V gefilterte Streuverteilung als die kohärente

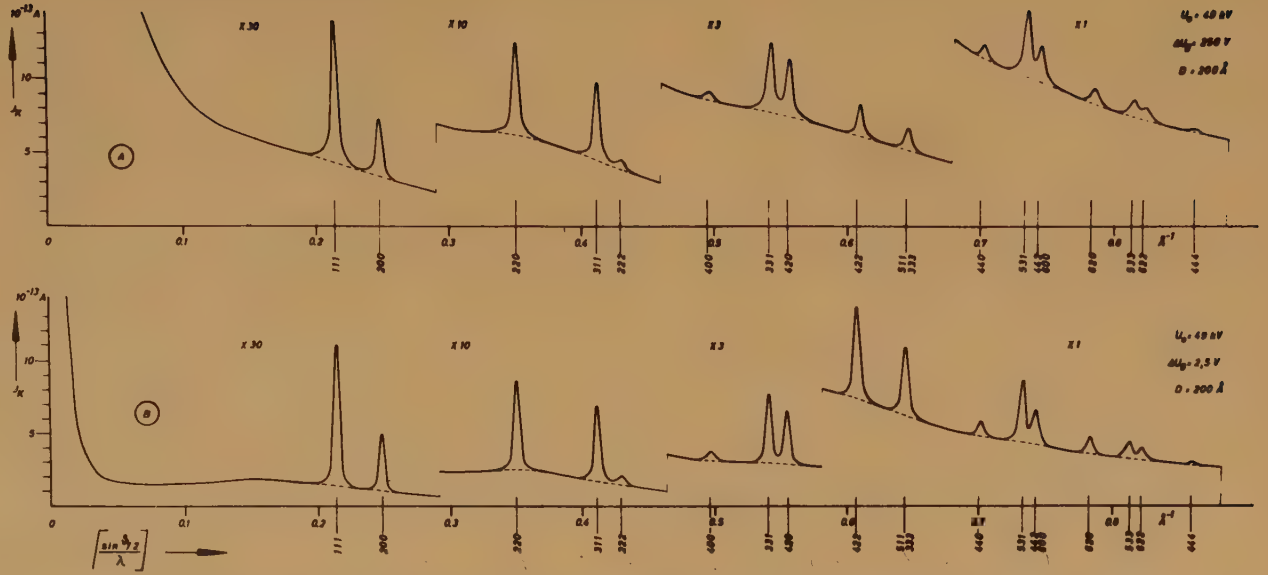


Fig. 16. Winkelverteilung von 49 keV-Elektronen nach der Streuung an einer polykristallinen Al-Folie (Schichtdicke = 200 Å, Kristallitgrösse = 200 Å). Die obere Registrierkurve stellt das praktisch ungefilterte Streudiagramm (ΔU_g = + 250 V) dar. Die untere Registrierkurve (B) gibt die mit ΔU_g = 2,5 V gefilterte, d.h. die "elastische" Streuverteilung wieder. ($j_o = 1{,}8 \cdot 10^{-3}$ A/cm^2, Messblende: Spalt 0,4 x 4 mm^2. Die beiden Registrierkurven sind in etwa 1/5 natürlicher Grösse abgebildet).

("elastische") Streuverteilung angesehen.

Ein Beispiel für die Registrierung eines Streudiagramms einer mit 49 keV-Elektronen durchstrahlten,polykristallinen Aluminiumfolie (Schichtdicke 200 Å) zeigt die Fig.16 auf Seite 59.Man erkennt deutlich den größeren Kontrast der Ringe im elastischen Streudiagramm und im ungefilterten Diagramm die starke Untergrundintensität in der Nähe des Primärstrahls.Bemerkenswert ist der kontinuierliche Untergrund im elastischen Streudiagramm,wie ihn auch schon Leonhard[13] bei seinen Untersuchungen gefunden hatte.

In einem Leerversuch ohne Folie aber mit dem Lektromesh im Strahlengang konnten wir feststellen,daß der elastische Untergrund nicht durch eine Streuung der Primärelektronen anden Blendenrändern oder an den Stegen des Lektromesh's hervorgerufen wird.Als Ursache für die Entstehung des elastischen Untergrundes kommen folgende Möglichkeiten in Betracht:

1) Streuung an quasi-amorphen Fremdschichten auf der Folie (z.B.Oxydschichten oder während des Elektronenbeschusses aufgewachsene Fremdschichten).
2) Streuung an innerhalb des Streukörpers regellos angeordneten Atomen.
3) Streuung an Gitterfehlern (Kristallbaufehler,Gitterschwingungen)
4) Elastische Mehrfachstreuung

Wie eine genauere Abschätzung zeigt,ist der Anteil der elastischen Mehrfachstreuung am elastischen Untergrund im vorliegenden Fall sehr gering.Die im gefilterten Streudiagramm der Fig.16 deutlich sichtbaren,breiten Ringe sprechen dafür,daß der kontinuierliche Untergrund durch elastische Streuung an einer quasi-amorphen Fremdschicht (wahrscheinlich Aluminiumoxyd) hervorgerufen wird.Im Rahmen der hier beschriebenen Untersuchungen konnte jedoch keine vollständige Klärung über die Entstehung des elastischen Untergrundes erbracht werden.Die Bearbeitung dieses Problems bleibt einer späteren Arbeit vorbehalten.

Die Bestimmung der Ringintensitäten setzt die Abtrennung der Reflexe vom kontinuierlichen Untergrund,der ja einer anderen Streugruppe angehört,voraus.Zu diesem Zweck wird der zwischen den Ringen gemessene Verlauf der Untergrundintensität unterhalb der Ringe graphisch interpoliert.In den Figuren 16 und 18 ist dieser in-

terpolierte Untergrund als gestrichelte Linie eingetragen.

Als Maß für die Ringintensität kann entweder die Spitzenhöhe $j^{f_0}_{max}$ oder das Integral über das Ringprofil (Linienstromdichte J_{f_0}) genommen werden. Über die Unterschiede der aus $j^{f_0}_{max}$ und J_{f_0} gebildeten Intensitätsverhältnisse ist bereits im Abschnitt 2.2. gesprochen worden.

Von großer Bedeutung ist nun die Frage, ob und wie weit sich die Intensitätsverhältnisse der Ringe im gefilterten und im ungefilterten Diagramm unterscheiden.

Die absoluten Ringintensitäten sind wegen der Streuabsorption der Interferenzstrahlen im gefilterten Diagramm geringer als im ungefilterten Diagramm. Eine Übereinstimmung der Verhältnisse der Ringintensitäten in den beiden Streudiagrammen ist dann zu erwarten, wenn die Streuabsorption für alle Streurichtungen gleich ist. In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse einer Vergleichsmessung zusammengestellt (die Indizes g bzw. u weisen auf die Messung im gefilterten bzw. im ungefilterten Streudiagramm hin) :

Tabelle 3

Vergleich der aus dem gefilterten (g) und ungefilterten (u) Streudiagramm von Aluminium (Foliendicke ≈ 200 Å, Kristallitgröße ≈ 200 Å U_o = 45 kV) bestimmten Werte $|G_H|^2 = \text{const.} j^{f_0}_{max} \cdot |f_0|^2/D_f$ (Atomformfaktor)

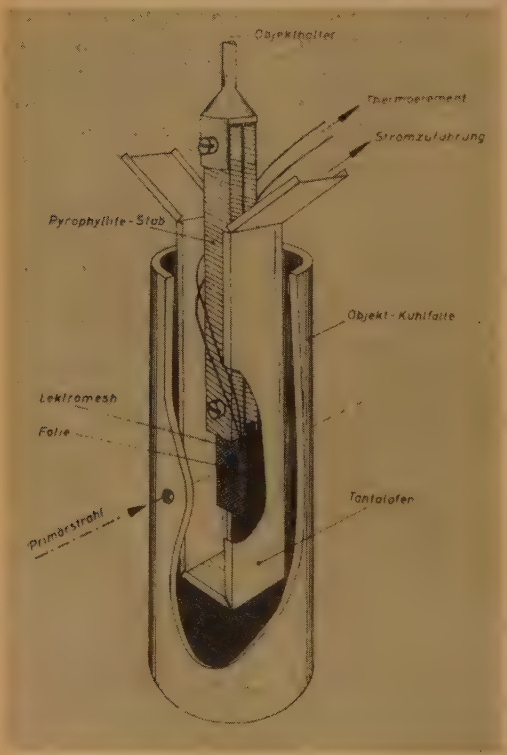
Ring:	111	200	220	311	331	420	422	511 333	531
$\left\|G_H^g\right\|^2$	182	175	100	66,0	30,0	26,5	18,7	12,7	9,1
$\left\|G_H^u\right\|^2$	183	174	100	65,1	29,0	26,5	18,6	13,0	9,1
$\frac{\Delta\|G_H\|^2}{\|G_H\|^2}$	-0,6	+0,6	-	+1,4	+3,3	0	+0,6	-2,4	0

Im Rahmen der Meßgenauigkeit (siehe Tabelle 4 und 5) stimmen also die Verhältnisse der Ringintensitäten im gefilterten und im ungefilterten Streudiagramm überein. Daher ist es im Prinzip gleichgültig, ob die Bestimmung der Intensitätsverhältnisse im gefilterten oder

im ungefilterten Diagramm erfolgt.Wir haben die Auswertung im gefilterten Streudiagramm vorgezogen,weil man dabei folgende Vorteile ausnutzen kann:

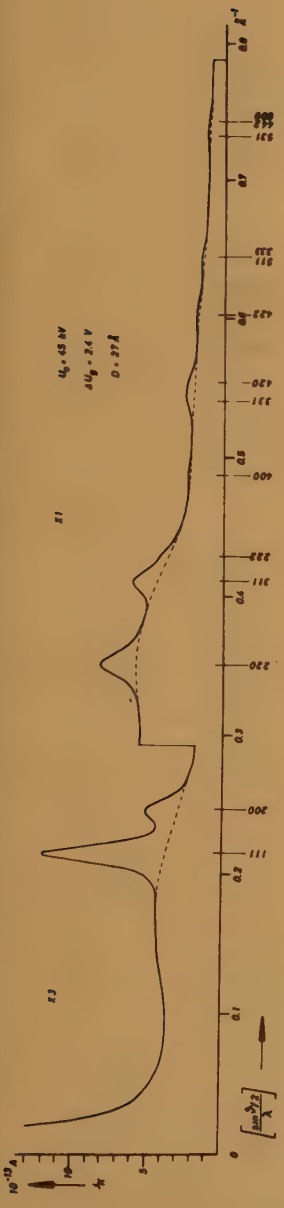
1) Wegen des größeren Kontrastes der Ringe und des sehr flachen Verlaufes des kontinuierlichen Untergrundes im gefilterten Streudiagramm ist der durch das Abtrennen der Reflexe vom Untergrund bedingte Fehler geringer.
2) Die Kristallitgrößenbestimmung ist genauer.Aus den Halbwertsbreiten der Ringe im ungefilterten Diagramm ergeben sich zu kleine Werte für die Kristallitgröße,da durch die unelastische Streuung das Ringprofil verbreitert wird.
3) Da besonders die Basen der Ringe im gefilterten Diagramm wesentlich schmaler sind,können solche Ringe,die sich überlappen,einfacher und genauer getrennt werden (z.B.111,200).

2.5.2.Messung der Ringintensitäten



Bei den Intensitätsmessungen wurde eine nach dem im Abschnitt 2.4. beschriebenen Präparationsverfahren hergestellte,polykristalline Aluminium-Folie als Streukörper verwendet.Aus der optischen Durchlässigkeit wurde die Dicke der Folie zu 200Å± 6% bestimmt. Die vom KBr-Kristall abgelöste Folie wurde auf ein größeres,aus Gründen der Festigkeit gebörteltes Stück Lektromesh aufgefangen. (siehe Fig.17).
Über einen wärmeisolierenden Stab (Pyrophyllite) ist das Lektromesh mit dem Objekthalter verbunden.Das

Fig.17.Folienträger und Tantalofen.



Lektromesh ist von einem heizbaren Tantalband umgeben, aber so, daß das Objekt (Lektromesh mit Folie) gegenüber dem Elektronenstrahl justiert werden kann. Folienträger und Tantalofen tauchen, wie aus Fig.17 ersichtlich ist, in die Objektkühlfalle (siehe Abschnitt 1.2.3.)

Die Registrierkurve in Fig.18 gibt das gefilterte Streudiagramm der mit 45 keV-Elektronen durchstrahlten Aluminium-Folie wieder. Wegen der geringen Ausdehnung der Kristallite sind die Debye-Scherrer-Ringe sehr breit. Aus der Halbwertsbreite der Ringe ergibt sich eine mittlere Kristallitgröße von 27 Å. Diese Kristallite sind also sehr viel kleiner als die in den von Lennander hergestellten Aluminium-Schichten, welche eine Größe von etwa 100 Å hatten (siehe Abschnitt 2.3.).

Zur Prüfung der Textur wurde das Verhältnis $j^{200}_{max} / j^{111}_{max}$ in Abhängigkeit vom Neigungswinkel α der Folie gegenüber dem Primärstrahl gemessen. In der Fig.19 auf Seite 64 ist der auf den 111-Reflex ($|G_H|^2_{111} = 451$) bezogene Wert $|G_H|^2_{200}$ des 200-Ringes als Funk-

Fig.18. Mit $\Delta U_g = +2{,}4$ V gefiltertes Al-Streudiagramm. ($U_o = 45$ kV, Kristallitgröße D = 27 Å, Schichtdicke d = 200 Å).

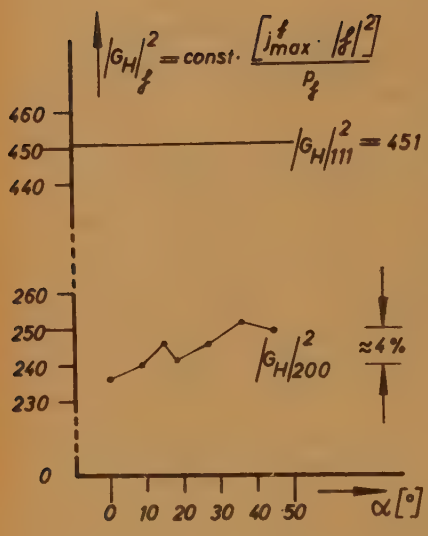


Fig.19.Textur der ungetemperten Folie F 31.

tion von α aufgetragen. Innerhalb des Winkelbereiches von 0 bis 45° bleibt das Intensitätsverhältnis $j^{200}_{max} / j^{111}_{max}$ bis auf etwa 5% konstant, so daß die Folie als hinreichend texturfrei angesehen werden kann. In dem gefilterten Streudiagramm wurden aus den Spitzenhöhen $j^{f_o}_{max}$ und aus den Ringflächen(J_{f_o}) die Intensitätsverhältnisse

$$|G_H|^2_{f_o} = C_1 \cdot j^{f_o}_{max} \cdot |f_o|^2 / p_f$$

und

$$|G_F|^2_{f_o} = C_2 \cdot J_{f_o} \cdot |f_o|^2 / p_f$$

ermittelt. Wie aus der folgenden Tabelle hervorgeht, ist der relative Unterschied der beiden Intensitätsverhältnisse geringer als die Meßgenauigkeit δ (mittlerer Fehler der Einzelmessung).

Tabelle 4

Unterschied zwischen $|G_H|^2_{f_o}$ und $|G_F|^2_{f_o}$
(Folie F31, D = 27 Å, U_o = 46 kV)

Ring:	111	200	220	311
$\|G_H\|^2$	611	298	100	48,5
$\|G_F\|^2$	596	286	100	49,5
$\frac{(\|G_H\|^2 - \|G_F\|^2)}{\|G_H\|^2}$	+2,5%	+4%	-	-2%
δ	4%	5%	-	7%

Deshalb haben wir zunächst nur aus den Werten $j^{f_o}_{max}$ die Intensitätsverhältnisse bestimmt.Die Ergebnisse dieser wie auch der im folgenden beschriebenen Messungen sind in Fig.22 dargestellt.Eine ausführliche Diskussion der Meßergebnisse erfolgt im nächsten Abschnitt.

Um den für die dynamische Korrektur der kinematischen Streuformel entscheidenden Parameter $A_f = 2{,}09 \cdot |\phi_f| \cdot D \cdot \lambda \cdot 10^{-2}$ über einen größeren Bereich zu variieren,als es durch die Änderung der Elektronenenergie im Bereich von 20 bis 50 keV möglich ist (vgl.Abschnitt 2.2.),haben wir zusätzlich die Kristallitgröße variiert.Zu diesem Zweck wurde die Aluminium-Folie getempert.Durch Aufheizen des Tantalbandes,welches das Objekt umgibt (siehe Fig.17),kann die Folie bei Temperaturen bis zu etwa 500°C innerhalb der Apparatur getempert werden.Dieser Tantalofen hat gegenüber einem Keramikofen den

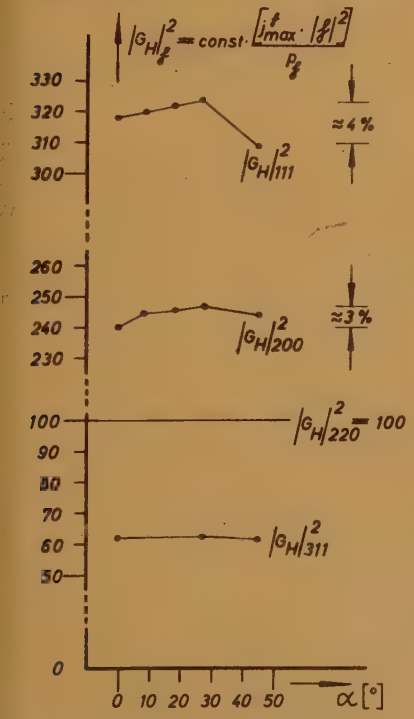


Fig.20.Textur der Folie F 31 nach der ersten Temperung.

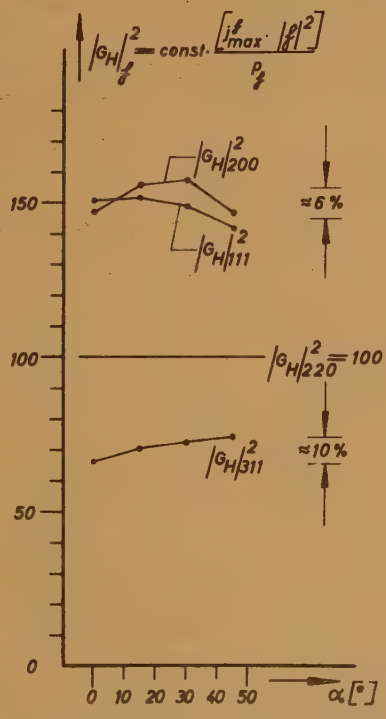


Fig.21.Textur der Folie F31 nach der zweiten Temperung.

Vorteil,daß die Gasabgabe geringer ist und deshalb die Folie während der Temperung praktisch nicht verunreinigt wird.Nach der Temperung kann das Elektronen-Streudiagramm sofort untersucht werden.

Die Folie wurde in zwei Stufen getempert.Während der ersten Temperung bei 260°C (10 min) wuchsen die Kristallite von 27 Å bis zu etwa 100 Å an.Nach der zweiten Temperung bei 320°C (40 min) betrug die mittlere Kristallitgröße ungefähr 200 Å .Im Anschluß an jede Temperung wurde zunächst in der oben beschriebenen Weise kontrolliert,ob die Folie hinreichend texturfrei geblieben war.Die Ergebnisse dieser Texturmessungen sind in den Fig.20 und 21 dargestellt. (Die Größen $|G_H|^2_{f_o} = C.j^{f_o}_{max}.|f_o|^2 / p_f$ sind auf den Wert $|G_H|^2_{220}$ des 220-Ringes bezogen).Man erkennt,daß sich die Intensitätsverhältnisse sehr stark mit der Kristallitgröße ändern (vgl. auch Fig.19).Jedoch die Abhängigkeit der Intensitätsverhältnisse vom Neigungswinkel α der Folie gegenüber dem Primärstrahl ist so gering,daß man auch nach der letzten Temperung die Folie noch als hinreichend texturfrei ansehen kann.

Tabelle 5

Unterschied zwischen $|G_H|^2_{f_o}$ und $|G_F|^2_{f_o}$.(D = 200 Å ; U_o = 45 kV).

Ring:	111	200	220	311	331	420	422	511 333	531	442 600
$\|G_H\|^2$	182	175	100	66,0	30,0	26,5	18,7	12,7	9,1	8,6
$\|G_F\|^2$	185	180	100	66,0	31,2	28,2	20,9	14,7	11,1	10,6
$\frac{\|G_H\|^2-\|G_F\|^2}{\|G_H\|^2}$	-1,6%	-2,8%	-	0%	-4%	-6,4%	-7,5%	-15%	-22%	-23%
δ	3%	3%	-	4%	4%	5%	8%	8%	12%	16%

Nach jeder Temperung wurden die Debye-Scherrer Diagramme bei verschiedenen Elektronenenergien (20 - 50 keV) registriert.Bei einem fest eingestellten Wert der Beschleunigungsspannung wurden jeweils 4 bis 6 Meßkurven aufgenommen.Die aus den gefilterten Streudiagrammen bestimmten Verhältnisse $|G_H|^2_{f_o} = C.j^{f_o}_{max}.|f_o|^2 / p_f$ (Messung der Spitzenhöhe) sind als Funktion der Kristallitgröße und der Elektronenenergie in Fig.22 (Seite68) eingetragen.

Die Auswertung von 20 Registrierkurven (U_o = 45 kV, D = 200 Å) ergab, daß der relative Unterschied der Verhältnisse $|G_F|^2_{s_o}$ und $|G_H|^2_{s_o}$ (vgl. Seite 64) im Vergleich zur Meßgenauigkeit δ (mittlerer Fehler der Einzelmessung) nicht sehr groß ist, wenn man von den schwächsten Reflexen absieht (vgl. Tabelle 5 auf Seite 66). Daher genügt es, die aus den Spitzenhöhen $j^{s_o}_{max}$ der Ringe bestimmten Intensitätsverhältnisse für verschiedene Kristallitgrößen und Elektronenenergien miteinander zu vergleichen.

2.5.3. Diskussion der Meßergebnisse

Die Genauigkeit, mit der die Verhältnisse der Ringintensitäten bestimmt werden können, ist nicht allein durch die Meßgenauigkeit der Gegenfeldanordnung ($\approx 2\%$) sondern auch durch die Fehler bedingt, mit denen die Auswertung der Registrierkurven behaftet ist (Abtrennung der Reflexe vom Untergrund, Separation sich überlappender Ringe, Höhenmessung). Angaben über den mittleren Fehler δ von $|G_H|^2_{s_o}$ finden sich in den Tabellen 4 und 5. Bei den niedrigen Ordnungen (111 bis 420) beträgt der Fehler 3-5%, bei den höheren Ordnungen etwa 10-20%. Da der 220-Ring einerseits hinreichend intensiv und andererseits wegen seines großen Abstandes von den benachbarten Ringen praktisch ungestört ist (wodurch die Abtrennung vom Untergrund erleichtert wird), haben wir dem allgemeinen Brauch folgend, den 220-Ring als Bezugsreflex gewählt.

Nach der kinematischen Theorie (vgl. Abschnitt 2.2.) sollten die Größen $j^{s_o}_{max}\,|s_o|^2 / p_s$ direkt proportional zu $(|V_s| \cdot e^{-c|s|^2})^2$ sein. Sie können also unmittelbar mit dem Atomformfaktor

$$\left[g(|s_o|)\cdot e^{-c|s_o|^2}\right]^2 = \left[\frac{2\pi m_o V_z}{S(s_o)\cdot h^2}\right]^2 \left[|V_s|\cdot e^{-c|s|^2}\right]^2$$

($S(s_o) = 4$) verglichen werden. Bei der Berechnung des Atomformfaktors haben wir die von Tomiie und Stam[28] tabellierten Werte f_R ($|s|$) zugrunde gelegt. Der theoretische Verlauf des mit dem Debye-Faktor multiplizierten Atomformfaktors ($g(|s|).e^{-c|s|^2}$)^2 ist in Fig. 22 (Seite 68) als stark ausgezogene Kurve eingezeichnet. Die für verschiedene Kristallitgrößen und Elektronenenergien gemessenen "Kurven" sind im 220-Reflex an den theoretischen Wert (= 100) angepaßt.

Es zeigt sich nun, daß die bei einer Kristallitgröße von 27 Å

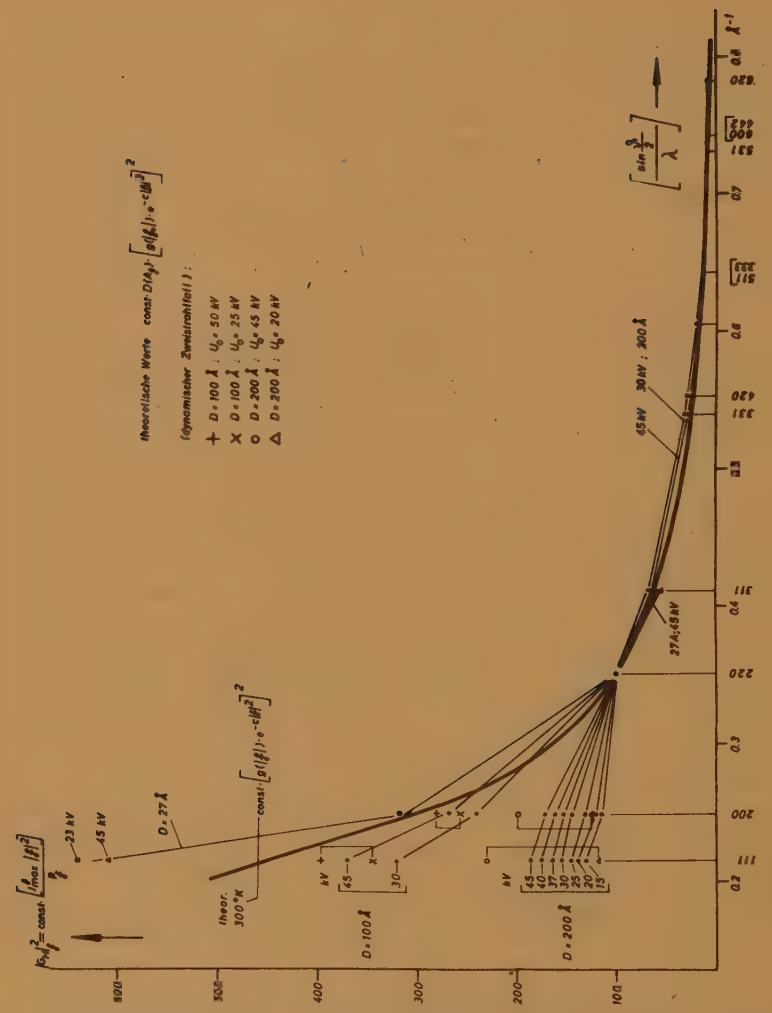


Fig.22.Darstellung der mit $|f_0|^2/p_f$ ($|f_0|^2$ reziproker Lorentz-Faktor, p_f Flächenhäufigkeitszahl) multiplizierten, relativen Ringintensitäten $j^{f_0}_{max}$ eines Al-Debye-Scherrer Diagramms in Abhängigkeit von Kristallitgröße D und Elektronenenergie. Die Meßwerte sind beim 220-Reflex an die theoretische, temperaturkorrigierte Atomformfaktorkurve angepaßt. In die Figur sind ferner die nach der dynamischen Theorie (Zweistrahlfall) zu erwartenden Werte für den 111- und 200-Reflex eingetragen.

gemessenen Kurven (U_o= 23, 45 kV) steiler verlaufen als der Atomformfaktor und daß insbesondere der experimentelle Wert $|G_H|^2$ für den 111-Reflex beträchtlich höher als der theoretische Wert liegt. Innerhalb der Fehlergrenzen stimmen die bei 23 und 45 kV gemessenen Intensitätsverhältnisse überein. In diesem Punkt wird also die Aussage der kinematischen Theorie, daß nämlich die Intensitätsverhältnisse der Ringe unabhängig von der Elektronenenergie sind, bestätigt.

Die hier gefundenen Diskrepanzen zwischen den experimentellen und den nach der kinematischen Theorie berechneten Intensitätsverhältnissen stehen übrigens im Einklang mit dem Befund anderer Autoren, die bei sehr kleinen Kristalliten Intensitätsanomalien festgestellt hatten[54-56]. Diese Abweichungen haben vermutlich ihren Grund in Kristallbaufehlern. Die Werte $|V_f|$, durch die ja nach der kinematischen Theorie bei festem D und λ der Verlauf von $|G_H|^2_{f_o}$ bestimmt sein soll, wurden unter Zugrundelegung der Idealstruktur der Aluminium-Kristallite berechnet. Liegen jedoch Kristallgitterfehler vor, so sind andere Werte des Strukturfaktors für die Streuung maßgebend. Hiernach ist es verständlich, daß trotz des kinematischen Charakters der Elektronen-Streuung Diskrepanzen zwischen den berechneten und den experimentellen Werten $|G_H|^2_{f_o}$ bestehen können. (Anmerkung: Die auf Seite 50 angegebene Erklärung für die Intensitätsanomalien als Folge der zu geringen Ausdehnung der Kristallite (Übergang zu Gasinterferenzen) ist hier nicht anwendbar, da die Kristallite mit ihrer mittleren Linearausdehnung von 27 Å so groß sind, daß die kinematische Formel für die Intensitäten der Debye-Scherrer-Ringe mit guter Näherung angewendet werden darf).

Unter der Annahme, daß Packungsfehler in den Kristalliten vorliegen, konnten Kimoto[64] und Morimoto[65] die von ihnen beobachteten Intensitätsanomalien befriedigend erklären.

Bei den größeren Kristalliten ($\gtrsim$ 100 Å) erhalten wir folgendes Ergebnis:

1) Die experimentellen Kurven verlaufen im Gebiet der niedrig indizierten Ordnungen flacher als die Atomformfaktorkurve.
2) Diese Abflachung ist umso stärker, je größer die Kristallite sind.
3) Bei fester Kristallitgröße ist die Abflachung eine Funktion der Elektronenenergie. Diese Abhängigkeit nimmt mit wach-

sender Kristallitgröße zu.Zum Beispiel ergibt eine Änderung der Elektronenenergie um 10% bei einer Kristallitgröße von 200 Å einen merklich anderen Verlauf der Reflexintensitäten.

Dieser experimentelle Befund läßt sich nicht durch die kinematische Theorie beschreiben.Man könnte zunächst daran denken,daß die mit wachsender Kristallitgröße und Elektronenenergie zunehmende Abflachung der Kurven durch elastische Mehrfachstreuung in der polykristallinen Schicht zustande kommt,bei der ein Elektron in mehreren,hintereinander liegenden Kristalliten gestreut wird.Die elastische Mehrfachstreuung,welche einen Ausgleich (= Abflachung) der Reflexintensitäten zur Folge hat,nimmt mit der Schichtdicke zu.Im gefilterten Streudiagramm führt die elastische Mehrfachstreuung zur Entstehung eines kontinuierlichen Untergrundes,dem an den Stellen $|f_o| = \left| |f_{o_i}| \pm |f_{o_k}| \right|$ ($|f_{o_i}|, |f_{o_k}|$: im Debye-Scherrer Diagramm vorkommende Ringe bei Einfachstreuung) Maxima (Enveloppen) überlagert sind.Beim Abtrennen der Ringe vom kontinuierlichen Untergrund des gefilterten Streudiagramms werden die durch elastische Mehrfachstreuung in den Untergrund gesteuerten Elektronen abgesondert.Die elastische Mehrfachstreuung wirkt in diesem Fall wie eine reine Streuabsorption,bei der alle Interferenzstrahlen gleichartig geschwächt und die Intensitätsverhältnisse der Ringe ungeändert bleiben.Eine Störung der Ringintensitäten durch elastische Mehrfachstreuung tritt aber bei solchen Ringen auf,die mit einer Enveloppe zusammenfallen.In diesem Fall wird nämlich bei der Abtrennung des Ringes die Intensität der Enveloppe über dem kontinuierlichen Untergrund mit erfaßt.

Da bei den von uns registrierten,elastischen Streudiagrammen solche Enveloppen nicht sichtbar sind (ihre Intensität ist jedenfalls wesentlich geringer als die Intensität der schwächsten,vorkommenden Reflexe), können wir den Schluß ziehen,daß bei den vorliegenden Experimentierbedingungen einerseits der Anteil der elastischen Mehrfachstreuung am kontinuierlichen Untergrund des gefilterten Streudiagramms nicht sehr groß sein kann,und daß andererseits das Verhältnis der Intensitäten der Debye-Scherrer Ringe durch die elastische Mehrfachstreuung praktisch nicht geändert wird.

Eine Erklärung der bei den großen Kristalliten erhaltenen Ergebnisse durch die elastische Mehrfachstreuung in der polykristallinen Folie ist demnach also ausgeschlossen.

Dagegen ergibt sich die Möglichkeit,die Ergebnisse im Rahmen der dynamischen Theorie zu interpretieren.Die dynamische Korrektur der kinematischen Streuformel hängt ja allein von dem Parameter A_g = const.$|V_g|$.D.λ ab (vgl.Abschnitt 2.2.).Aus diesem Grund ist es verständlich,daß im experimentellen Befund λ und D auf die Reflexintensitäten im gleichen Sinne wirken,und daß außerdem gerade die intensiven Reflexe,deren $|V_g|$ groß ist,die stärkste Abweichung von den kinematischen Werten und eine stärkere Abhängigkeit von λ und D zeigen als die schwachen Reflexe.

Für die beiden Kristallitgrößen 100 Å und 200 Å und die extremen Elektronenenergien (45, 20 kV bzw.50, 25 kV für 200 bzw.100 Å) wurden die dynamischen Korrekturen berechnet.Die Größen

$$D(A_g) \cdot \left[g(|g|) \cdot e^{-c|g|^2} \right]^2$$

sind für die ersten drei Reflexe (220 wieder als Bezugsreflex) ebenfalls in Fig.22 eingetragen.Es zeigt sich,daß die Übereinstimmung der berechneten dynamischen Korrekturen mit den gemessenen Abweichungen von der kinematischen Streuformel nicht nur qualitativ richtig,sondern auch quantitativ befriedigend ist.

Bei der Berechnung der Größen $D(A_g)$ wurden die theoretischen Werte $|V_g|$ des Idealkristalls und die aus den Halbwertsbreiten der Debye-Scherrer-Ringe bestimmten,mittleren Kristallitgrößen D zugrunde gelegt.Da aber die dynamische Korrektur von der Form- und Größenverteilung der Kristallite abhängt,ist eine sehr gute Übereinstimmung der experimentellen mit den berechneten Werten nicht zu erwarten.Ferner ist es möglich,daß Unterschiede zwischen den gemessenen und den theoretischen Abweichungen von der kinematischen Streuformel dadurch bedingt sein können,daß auch nach der letzten Temperung die vermutlich vorhandenen Kristallbaufehler nicht ausgeheilt sind.($|V_g|$!)

Die Abweichung der gemessenen Intensität des (111)-Ringes von dem kinematischen Wert ist bei 100 Å - Kristalliten schon sehr merklich.Das bedeutet,daß selbst für Aluminium mit seiner kleinen Ordnungszahl (Z = 13) die kinematische Theorie auf die elastische Streuung von 50 keV-Elektronen an 100 Å - Kristalliten schon nicht mehr anwendbar ist.Für eine genauere Festlegung der Gültigkeitsgrenze der kinematischen Streuformel im Zusammenhang mit einer eingehenden Bestimmung der dynamischen Korrekturen müßte die Kristal-

litgröße in wesentlich kleineren Stufen vergrößert werden,als es bei dieser Temperung geschehen ist.Außerdem müßten Messungen an anderen Streusubstanzen ($|V_g|$) durchgeführt werden.Diese Untersuchungen bleiben einer späteren Arbeit vorbehalten.

3.ZUSAMMENFASSUNG

Es wird eine Gegenfeldanordnung beschrieben,welche eine sehr genaue Messung von Energie- und Winkelverteilungen gestreuter Elektronen ermöglicht.Mit Hilfe eines elektrischen Gegenfeldes wird eine Trennung der elastisch und der unelastisch gestreuten Elektronen durchgeführt,wobei unter "elastisch" gestreuten Elektronen solche verstanden werden,deren Energieverlust kleiner als die Energiebreite des Primärstrahls ($\approx 1{,}5$ eV) ist.Die Messung der Winkelverteilung der Streuintensität erfolgt so,daß der auf dem Bremspotential befindliche Meßkäfig auf einem Kreisbogen um das Objekt als Zentrum geschwenkt und synchron mit dieser Schwenkbewegung der Käfigstrom registriert wird.

Mit dieser Gegenfeldanordnung wurde der Einfluß von Kristallitgröße und Elektronenenergie auf die elastischen Streuintensitäten in Debye-Scherrer-Diagrammen von Aluminium untersucht.Aus solchen Messungen lassen sich Aussagen über die Gültigkeitsgrenzen der kinematischen Theorie der Elektronenstreuung ableiten,was für die Strukturbestimmung mit Elektroneninterferenzen von Bedeutung ist.Die in der vorliegenden Dissertation beschriebenen Messungen zeigen,daß selbst für Aluminium mit seiner kleinen Ordnungszahl bei 50 keV-Elektronen die kinematische Theorie auf die elastische Streuung an 100 Å großen Kristalliten nicht mehr anwendbar ist.

LITERATURVERZEICHNIS

1) G.P.Thomson,Proc.Roy.Soc. A 125, 352 (1929)
2) H.Mark und R.Wierl, Z.Phys. 60, 741 (1930)
3) S.Lennander,Arkiv för Fysik 8, 551 (1954)
4) S.Kuwabara, J.Sci.Hiroshima University A 21, 125 (1957)
5) S.Takagi und T.Suzuki,Acta Cryst. 8, 441 (1955)
6) H.Pfister,Z.Naturforschg. 12a, 217 (1957)
7) G.Ruthemann,Ann.Phys. 2, 133 (1948)
8) G.Möllenstedt,Optik 5, 499 (1949)
9) A.W.Blackstock,R.D.Birkhoff und M.Slater,Rev.Sci.Instr. 26, 274 (1955)
10) G.Haberstroh und H.Raether,Naturwiss.42, 531 (1955)
G.Haberstroh,Z.Phys. 145, 20 (1956)
11) D.Gabor,Proc.Phys.Soc. B 64, 244 (1951)
12) L.Marton und J.A.Simpson,Rev.Sci.Instr. 29, 567 (1958)
13) F.Leonhard,Z.Naturforschg. 9a, 727;1019 (1954)
14) L.Marton,J.A.Simpson und Mc.Craw,Rev.Sci.Instr. 26, 855 (1955)
15) K.H.Steigerwald,Optik 5, 469 (1949)
16) R.Rühle,Optik 5, 463 (1949)
17) A.Ladage,Z.Phys. 144, 354 (1956)
18) H.Mendlowitz,Rev.Sci.Instr. 29, 701 (1958)
19) G.Meyer,Diplomarbeit Hamburg (1956)
20) H.Boersch,Z.Phys. 139, 115 (1954)
21) J.R.Pierce,Theory and Design of Electron Beams (1954) 116 ff.
22) O.Klemperer,Electron Optics,Cambridge (1953)
23) A.Winkelmann,Z.Angew.Phys. 7, 296 (1955) und 8, 218 (1956)
24) S.Leisegang und O.Schott,Proc.El.Micr.,Stockholm Conf. (1956) S.20
25) L.B.Leder und J.A.Simpson,Rev.Sci.Instr. 29, 571 (1958)
26) G.Meyer,Z.Phys. 148,61 (1957)
27) M.v.Laue,Materiewellen und ihre Interferenzen,Leipzig (1944)
28) Y.Tomiie und C.H.Stam,Acta Cryst. 11, 126 (1958)
29) P.Debye,Ann.Phys. 43, 49 (1914)
30) H.Faxén,Ann.Phys. 54, 615 (1918)
31) I.Waller,Z.Phys. 17, 398 (1923)
32) N.L.Pisarenko,Phys.Z.Sowj. 7, 26 (1935)
33) D.Coster und P.G.van Zanten,Physica 6, 17 (1939)
34) P.G.van Zanten,Diss.Groningen (1945)

35) N.F.Mott,Proc.Roy.Soc. A127, 658 (1930)
36) F.Distel,Z.Phys. 74, 785 (1932)
37) C.Møller,Z.Phys. 66, 513 (1930)
38) W.Henneberg,Z.Phys. 83, 555 (1933)
39) J.Hengstenberg und K.Wolf, Hand- und Jahrbuch der Chemischen Physik 6, 1 (1935)
40) E.Fues,Z.Phys. 109, 14;236 (1938)
E.Fues,Ann.Phys. 36, 209 (1939)
41) Z.G.Pinsker,Electron Diffraction,London (1953) S.167 ff.
42) N.Kato,J.Phys.Soc.Japan 7, 397 und 406 (1952)
43) M.Blackman,Proc.Roy.Soc. A 173, 68 (1939)
44) B.K.Weinstein,J.Exp.Theor.Phys. 25, 157 (1953)
45) M.Born,Z.Phys. 38, 803 (1926)
46) H.Bethe,Ann.Phys. 87, 55 (1928)
47) S.Shirai,Proc.Phys.-Math.Soc.Japan 15, 420 (1933)
48) H.J.Yearian und J.D.Howe,Phys.Rev. 48, 381 (1935)
49) L.S.Ornstein,H.Brinkman,A.Hauer,T.Tol,Physica 5, 693 (1938)
50) T.Tol und L.S.Ornstein,Physica 7,685 (1940)
51) T.Tol.Diss. Utrecht (1940)
52) S.v.Friesen u.S.Lennander,Arkiv Math.,Astr.o.Fysik 33, 16 (1946)
53) F.Sjenitzer,Diss. Utrecht (1948)
54) L.H.Germer,Phys.Rev. 56, 58 (1939)
55) L.H.Germer und A.H.White,Phys.Rev. 60, 447 (1941)
56) L.H.Germer,Phys.Rev. 61, 309 (1942)
57) F.Leonhard,Diplomarbeit Tübingen (1949)
58) I.I,Yamzin und Z.G.Pinsker,Dokl.Akad.Nauk SSSR 65, 645 (1949)
59) I.I.Yamzin,Trudy Inst.Krist.Akad.Nauk SSSR 5, 69 (1949)
60) S.Kuwabara,J.Phys.Soc.Japan 12, 637 (1957)
61) H.Raether,Optik 1, 296 (1946)
62) H.Raether,Handbuch der Physik XXXII,S.530
63) M.v.Ardenne,Tabellen der Elektronenphysik,Ionenphysik und Übermikroskopie II. Seite 635
64) K.Kimoto,J.Phys.Soc.Japan 8, 762 (1953)
65) H.Morimoto,J.Phys.Soc.Japan 13, 1015 (1958)

Diese Arbeit wurde im Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg durchgeführt. Dem Leiter des Instituts, Herrn Professor Dr. H. Raether, danke ich herzlich für die Anregung und Förderung der Arbeit. Herrn Dipl. Phys. G. Meyer danke ich für viele anregende Diskussionen.
Die Deutsche Forschungsgemeinschaft unterstützte die Arbeit durch die Bereitstellung verschiedener Geräte.
Ich versichere, daß ich die Arbeit selbständig durchgeführt und nur die im Literaturverzeichnis angegebenen Quellen benutzt habe.

Hamburg, im Mai 1960

Kaufred Kortmann

L e b e n s l a u f

Am 26.Juli 1928 wurde ich,Manfred Horstmann,als Sohn des Betriebsobersekretärs Wilhelm Horstmann und seiner Ehefrau Marie,geb. Schmidt,in Hamburg geboren.

Von 1935 bis 1939 besuchte ich die Volksschule in Hamburg-Steenkamp und anschließend die Mittelschule in Hamburg-Altona bis zum Herbst 1943.Nach einem einjährigen Förderungskursus wurde ich in die Oberschule für Jungen in Hamburg-St.Georg aufgenommen,die ich Ostern 1948 mit dem Reifezeugnis verließ.Während des folgenden Jahres arbeitete ich als Praktikant an der Hamburger Sternwarte.

Im Sommersemester 1949 nahm ich an der Universität Hamburg das Studium mit dem Hauptfach Physik und den Nebenfächern Mathematik,Chemie und Physikalische Chemie auf.Die Diplom-Vorprüfung legte ich im Juni 1952 ab.Im Wintersemester 1953 begann ich im Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg unter der Leitung von Herrn Professor Dr.H.Raether meine Diplomarbeit:"Bau eines Hochfrequenzgenerators für induktive Erhitzung".Im Anschluß an die Diplom-Hauptprüfung für Physik im Juli 1955 begann ich die vorliegende Dissertation.Seit dem 1.3.1957 bin ich im Institut als Verwalter einer wissenschaftlichen Assistentenstelle tätig.

Während meines Studiums an der Universität Hamburg hörte ich Vorlesungen bei den folgenden Herren Professoren und Dozenten:

Physik:	Artmann,Bagge,David,Fack,Fleischmann,Goos,Hagen, Jordan,Kollath,Lenz,Meyer,Möller,Neuert,Raether, Schimank,Steubing.
Mathematik:	Behrens,Hasse,Maak,Stöhr.
Chemie:	Remy,Schlubach.
Physikalische Chemie:	Groth,Harteck,Holleck.

Allen meinen Lehrern danke ich herzlich für die Förderung meines Studiums.

Hamburg,im Mai 1960

Manfred Horstmann